



TUGAS AKHIR - TL141584

**PENGARUH PENAMBAHAN KITOSAN TERHADAP  
SIFAT MEKANIK KOMPOSIT KITOSAN /  
HIDROKSIAPATIT YANG DIDOPING SENG  
SEBAGAI KANDIDAT MATERIAL *BONE  
SUBSTITUTE***

AGUS PURNOMO  
NRP. 2712100076

Dosen Pembimbing  
Dr. Sigit Tri Wicaksono, S.Si, M.Si  
Dr. Eng. Hosta Ardhyana, S.T, M.Sc

JURUSAN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI  
Fakultas Teknologi Industri  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya  
2016



**TUGAS AKHIR - TL 141584**

**PENGARUH            PENAMBAHAN            KITOSAN  
TERHADAP    SIFAT    MEKANIK    KOMPOSIT  
KITOSAN / HIDROKSIAPATIT YANG DIDOPING  
SENG SEBAGAI KANDIDAT MATERIAL *BONE  
SUBSTITUTE***

**AGUS PURNOMO  
NRP. 2712100076**

**Dosen Pembimbing  
Dr. Sigit Tri Wicaksono, S.Si, M.Si  
Dr. Eng. Hosta Ardhyanta, S.T, M.Sc**

**JURUSAN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI  
Fakultas Teknologi Industri  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya  
2016**

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*



**FINAL PROJECT – TL 141584**

**THE EFFECT OF CHITOSAN TO  
MECHANICAL PROPERTIES OF ZINC  
DOPED IN CHITOSAN / HYDROXYAPATITE  
COMPOSITE AS BONE SUBTITUTE  
MATERIAL**

AGUS PURNOMO  
NRP. 2712100076

Advisor  
Dr. Sigit Tri Wicaksono, S.Si, M.Si  
Dr. Eng. Hosta Ardhyanta, S.T, M.Sc

DEPARTMENT OF MATERIALS AND METALLURGICAL  
ENGINEERING  
Faculty of Industrial Technology  
Sepuluh Nopember Institute of Technology  
Surabaya  
2016

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

**PENGARUH PENAMBAHAN KITOSAN TERHADAP  
SIFAT MEKANIK KOMPOSIT KITOSAN /  
HIDROKSIAPATIT YANG DIDOPING SENG SEBAGAI  
KANDIDAT MATERIAL *BONE SUBSTITUTE***

**TUGAS AKHIR**

Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat

Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Teknik

Pada

Bidang Studi Material Inovatif

Program Studi S-1 Jurusan Teknik Material dan Metalurgi

Fakultas Teknologi Industri

Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh :

**AGUS PURNOMO**

NRP 2712 100 076

Disetujui oleh Tim Pembimbing Tugas Akhir :

Dr. Sigit Tri Wicaksono, S.Si, M.Si. .... (Pembimbing I)

Dr. Eng. Hosta Ardhyana, S.T., M.Sc. .... (Pembimbing II)



*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

**PENGARUH PENAMBAHAN KITOSAN TERHADAP  
SIFAT MEKANIK KOMPOSIT KITOSAN /  
HIDROKSIAPATIT YANG DIDOPING SENG SEBAGAI  
KANDIDAT MATERIAL *BONE SUBSTITUTE***

**Nama Mahasiswa** : Agus Purnomo  
**NRP** : 2712100076  
**Jurusan** : Teknik Material dan Metalurgi  
**Pembimbing** : Dr. Sigit Tri Wicaksono, S.Si., M.Si  
Dr. Eng. Hosta Ardhyanta, S.T, M.Sc

**Abstrak**

Komposit Kitosan/HA-Zn telah berhasil dibuat dengan metode pencampuran basah. Kitosan dengan derajat deasetilasi 84% dilarutkan dalam asam asetat 3% selama 1 jam pada temperatur 70<sup>0</sup> C. Kemudian ditambahkan serbuk HA-Zn dengan konsentrasi ion doping sebesar 15 % mol yang dibuat menggunakan metode sol gel pada temperatur kalsinasi sebesar 900<sup>0</sup> C selama 3 jam. Perbandingan komposisi campuran komposit yakni 10%, 15% dan 20% Kitosan. Hasil serbuk komposit kemudian diuji dengan FTIR, XRD SEM dan uji densitas untuk karakterisasi sifat fisik. Uji tekan dan *hardness* dilakukan untuk mengetahui sifat mekanik. Dari hasil uji, penambahan Kitosan meningkatkan distribusi ikatan antara komponen matriks dan *filler* pada komposit. Penambahan Kitosan diketahui dapat meningkatkan nilai kekuatan tekan dan nilai modulus elastisitas serbuk HA-Zn yang dikompositkan. Sedangkan untuk nilai densitas dan kekerasan permukaan menurun seiring meningkatnya jumlah Kitosan yang ditambahkan. Sampel 10%K/HA-Zn denan nilai kuat tekan dan modulus elastisitas masing-masing 57,035 MP dan 0.152 GPa memiliki sifat fisik dan mekanik yang memenuhi standar sebagai kandidat material pengganti tulang *cancellous*.

**Kata kunci** : komposisi, komposit Kitosan/HA-Zn, sifat mekanik, *bone substitute*.



*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

**THE EFFECT OF CHITOSAN TO MECHANICAL  
PROPERTIES OF ZINC DOPED IN CHITOSAN /  
HYDROXYAPATITE COMPOSITE AS BONE  
SUBSTITUTE MATERIAL**

**Name** : Agus Purnomo  
**NRP** : 2712100076  
**Department** : Materials and Metallurgical Engineering  
**Advisor** : Dr. Sigit Tri Wicaksono, S.Si., M.Si.  
Dr. Eng. Hosta Ardhyanta, S.T., M.Sc.

**Abstract**

*Composite Zinc doped in Chitosan / Hydroxyapatite have been made with the wet mixing method. Chitosan with degree of deacetylation of 84% dissolved in 3% acetic acid first for 1 hour at a temperature of 70<sup>0</sup> C. Then powder HA-Zn (15% mol Zn) which created using sol-gel method at calcination temperature of 900<sup>0</sup> C for 3 hours was added. Composition of Chitosan in composite was 10%, 15% and 20%. In this study, characterization of composite powders has done by FTIR, XRD and SEM. Then test density, compressive and hardness of compact composite is done to determine the mechanical properties. In the result, Chitosan improve the distribution bond between matrix and filler components of composite. Chitosan increase compressive strength and modulus elasticity of composite. Furthermore, the density and surface hardness of composite decreased with increasing the amount of chitosan. 10%K/HA-Zn with 57,035 MPa of compressive strength and 0,152 GPa of modulus elasticity, have the physical and mechanical properties that meet the standards as cancellous bone substitute material.*

**Keywords : composition, chitosan/HA-Zn composite,  
mechanical properties, bone substitute.**

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

## KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan ke hadirat Allah SWT, karena Rahmat dan Hidayat-Nya penulis dapat menyelesaikan laporan Tugas Akhir dengan judul **“Pengaruh Penambahan Kitosan terhadap sifat mekanik Komposit Kitosan / Hidroksiapatit yang Didoping Seng Sebagai Kandidat Material Bone Substitute”**.

Adapun laporan ini disusun dan diajukan untuk memenuhi sebagian persyaratan studi di Jurusan Teknik Material dan Metalurgi Fakultas Teknologi Industri (FTI) Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya.

Ucapan terima kasih penulis sampaikan kepada :

1. Allah *Subhanallahu Wata'ala*, atas Rahmat-Nya penulis mendapat hidayah untuk tetap tegak menjadi hamba-Nya dan semoga penulis selalu bisa mengamalkan agama-Nya yang sempurna.
2. Kedua orang tua tersayang, atas jasa-jasanya yang tak terhingga dalam mendidik dan membesarkan penulis.
3. Bapak Dr. Sigit Triwicaksono S.Si, M.Si dan Bapak Dr. Eng. Hosta Ardhyananta S.T, M.Sc selaku dosen pembimbing Tugas Akhir yang dengan sabar membimbing penulis hingga Tugas Akhir ini terselesaikan, terima kasih atas segala bimbingan, masukan, saran dan pembelajaran yang Bapak berikan.
4. Bapak Dr. Agung Purniawan, S.T, M.Eng, selaku Ketua Jurusan Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS
5. Ibu Amaliya Rasyida S.T, M.Sc, selaku dosen yang telah banyak memberikan masukan saat diskusi, terima kasih atas segala bimbingan, masukan dan saran yang sangat membangun dalam proses pengerjaan penelitian ini.
6. Ibu Hariyati Purwaningsih, S.Si, M.Si, selaku dosen penguji yang sangat saya hormati. Terima kasih atas segala masukan dan saran yang telah anda berikan.
7. Bapak Ir. Rochman Rochiem selaku dosen wali penulis, yang telah membimbing penulis selama perkuliahan ini.

8. Ibu Dr. Widyastuti. S.Si, M.Si, selaku kepala Laboratorium Fisika Material yang memberikan beberapa fasilitas selama pengerjaan penelitian.
9. Segenap dosen Jurusan Teknik Material dan Metalurgi, yang memberikan ilmu selama penulis menempuh pendidikan S-1
10. Bapak Ridho selaku selaku staff Laboratorium Fisika Material, dan Ibu Yeni selaku staff Laboratorium Kimia Analitik yang telah membantu penulis selama pengerjaan penelitian.
11. Segenap teman-teman seperjuangan di Laboratorium Inovasi Material mas Fahri, Syifa, Dieski, Novi, Rico, Raka, Fabian, dan Dayu yang tiada hentinya memberikan semangat dan membantu penulis selama pengerjaan penelitian.
12. Serta seluruh teman-teman mahasiswa material angkatan 2012 yang telah menjadi keluarga serta teman terbaik selama di jurusan ini.

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan ini masih jauh dari kesempurnaan, karena keterbatasan ilmu penulis. Untuk itu kritik dan saran yang membangun sangat penulis harapkan. Semoga laporan Tugas Akhir ini dapat memberikan manfaat bagi pembaca.

Surabaya, 17 Juli 2016

Penulis

## DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
LEMBAR PENGESAHAN.....	v
ABSTRAK.....	vii
KATA PENGANTAR.....	xi
DAFTAR ISI .....	xiii
DAFTAR GAMBAR .....	xv
DAFTAR TABEL .....	xvii
BAB I PENDAHULUAN .....	1
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Perumusan Masalah.....	3
1.4 Tujuan.....	3
1.5 Manfaat Program.....	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA .....	5
2.1 Tulang.....	5
2.2 Bone Graft .....	6
2.3 Tulang Substitusi .....	8
2.3.1 Kalsium Pospat.....	8
2.3.2 Hidroksiapatit (HA).....	10
2.3.3 HA didoping Seng (Zn) .....	12
2.4 Kitosan .....	13
2.6 Penelitian Sebelumnya .....	18
BAB III METODOLOGI PENELITIAN .....	21
3.1 Sintesis Hidroksiapatit Didoping Zn .....	21
3.1.1 Bahan Penelitian.....	21
3.1.2 Alat Penelitian .....	21
3.1.3 Diagram Alir Percobaan.....	23
3.1.4 Prosedur Penelitian.....	24
3.2 Sintesis Komposit Kitosan HA-Zn.....	24
3.2.1 Bahan Penelitian.....	24
3.2.2 Alat Penelitian .....	25
3.2.3 Diagram Alir Percobaan.....	26
3.2.4 Prosedur Penelitian.....	27
3.3 Karakterisasi Material .....	27
3.3.1 Pengujian X-Ray Diffraction (XRD) .....	27

3.3.2 Pengujian Scanning Electron Microscopy/Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (SEM/EDX).....	28
3.3.3 Pengujian Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR).....	29
3.3.4 Pengujian berat jenis material (bulk density) .....	30
3.3.5 Pengujian compressive strenght .....	31
3.3.6 Pengujian kekerasan .....	32
<b>BAB IV ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>35</b>
4.1 Analisis Hasil Sintesis Hidroksiapatit di Doping Zn .....	35
4.2 Analisis Data XRD .....	36
4.2.1 XRD HA-Zn .....	36
4.2.2 XRD Kitosan .....	38
4.2.3 XRD Komposit Kitosan/HA-Zn .....	39
4.3 Analisis Data FTIR .....	41
4.3.1 FTIR HA-Zn .....	41
4.3.2 Kitosan .....	42
4.3.3 FTIR Komposit Kitosan/HA-Zn .....	44
4.4 SEM .....	47
4.4.1 SEM-EDX HA-Zn .....	47
4.5 Analisis Data Uji Densitas .....	52
4.6 Analisa Data Uji Kuat Tekan .....	54
4.7 Analisa Data Uji Kekerasan .....	55
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN .....</b>	<b>57</b>
5.1 Kesimpulan .....	57
5.2 Saran .....	57
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>59</b>
<b>LAMPIRAN</b>	
<b>BIODATA PENULIS</b>	

## DAFTAR GAMBAR

<b>Gambar 2. 1</b> Penampakan struktur tulang dengan teknik radiologi (Nather 2005). .....	6
<b>Gambar 2. 2</b> Perbandingan profil XRD antara keramik HA sintetik dan tulang (Basu 2009). .....	10
<b>Gambar 2. 3</b> Perbandingan gambar FTIR spectra pada keramik HA sintetik dan tulang. (Basu 2009). .....	11
<b>Gambar 2. 4</b> Struktur kimia Kitin (Islam, et al. 2011). .....	13
<b>Gambar 2. 5</b> Struktur kimia Kitosan (Islam, et al. 2011). .....	14
<b>Gambar 2. 6</b> Garis dasar untuk metode base line (Khan Reporting degree of deacetylation values of chitosan: The influence of analytical methods). .....	17
<b>Gambar 3. 1</b> Diagram alir sintesis Hidroksiapatit didoping Seng dengan metode sol gel. ....	23
<b>Gambar 3. 2</b> Diagram alir sintesis komposit Kitosan/HA-Zn. ....	26
<b>Gambar 3. 3</b> Alat uji SEM-EDX. ....	28
<b>Gambar 3. 4</b> Alat uji FTIR. ....	30
<b>Gambar 3. 5</b> Dimensi specimen uji tekan (satuan dalam mm) ...	31
<b>Gambar 3. 6</b> Alat uji tekan. ....	32
<b>Gambar 4. 1</b> HA-Zn hasil proses kalsinasi (a) dan HA-Zn serbuk (b). .....	35
<b>Gambar 4. 2</b> Serbuk komposit hasil sintesis Kitosan/HA-Zn. ....	36
<b>Gambar 4. 3</b> Grafik hasil Uji XRD HA-Zn 15% mol. ....	36
<b>Gambar 4. 4</b> Grafik hasil uji XRD serbuk Kitosan. ....	38
<b>Gambar 4. 5</b> Perbandingan grafik hasil uji XRD untuk kelima sampel uji. ....	39
<b>Gambar 4. 6</b> Grafik hasil Uji FTIR HA-Zn 15% mol (Novi 2016) .....	42
<b>Gambar 4. 7</b> Grafik hasil Uji FTIR Kitosan (Novi 2016). ....	43
<b>Gambar 4. 8</b> Grafik perbandingan hasil Uji FTIR HA-Zn 15% mol, dan komposit (Novi 2016) .....	44



<b>Gambar 4. 9</b> Grafik perbandingan hasil Uji FTIR keempat sampel uji pada wavenumber $3000\text{ cm}^{-1} - 4000\text{ cm}^{-1}$ .....	45
<b>Gambar 4. 10</b> Grafik perbandingan hasil Uji FTIR pada keempat sampel uji pada wavenumber $500\text{ cm}^{-1} - 2000\text{ cm}^{-1}$ .....	46
<b>Gambar 4. 11</b> Ikatan hydrogen antara Kitosan dan Hidroksiapatit (Xianmao. 2009 dan Warastuti. 2014).....	47
<b>Gambar 4. 12</b> SEM Serbuk HA didoping Zn dengan perbesaran 7000 kali. ....	48
<b>Gambar 4. 13</b> Morfologi patahan komposit 20%K/HA-Zn dengan perbesaran 7000x. ....	50
<b>Gambar 4. 14</b> Hasil Uji SEM Pada (a). HA-Zn serbuk, (b). 10%K/HA-Zn, (c). 10%K/HA-Zn dan (d). 20%K/HA-Zn Dengan Perbesaran 400 kali.....	51
<b>Gambar 4. 15</b> Grafik nilai densitas seluruh sampel uji dalam $\text{g/cm}^3$ .....	53
<b>Gambar 4. 16</b> Grafik nilai kuat tekan untuk seluruh sampel uji. ....	56
<b>Gambar 4. 17</b> Grafik nilai kekerasan seluruh sampel uji dalam VHN. ....	56

## **DAFTAR TABEL**

<b>Tabel 2. 1</b> Jenis-jenis senyawa Kalsium Pospat (Shi 2004).....	9
<b>Tabel 2. 2</b> Sifat fisik dari kalsium Pospat (Park 1992). ....	9
<b>Tabel 2. 3</b> Perbedaan sifat mekanik dan sifat fisik antara apatit biologis dan HA sintetik (Shi 2004).....	12
<b>Tabel 2. 4</b> Sifat mekanik dari beberapa material implant dan jaringan sketel (Shi 2004).....	18
<b>Tabel 4. 1</b> Konsentrasi Elemen Unsur HA-Zn Hasil Uji EDX...	49

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

Tugas akhir yang diambil penulis dalam topik material inovatif dengan judul “Pengaruh Penambahan Kitosan Terhadap Sifat Mekanik Komposit Kitosan / Hidroksiapatit Yang Didoping HA-Zn Sebagai Material kandidat *Bone Substitute*”.

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

*Bone graft* merupakan tulang yang ditransplantasikan dari satu area di sketel ke area lainnya untuk membantu penyembuhan, penguatan dan perbaikan fungsi saat ditemukan kerusakan pada tulang (*bone defect*). Saat ini *graft* tulang banyak digunakan pada bidang ortopedi meliputi *natural bone* ataupun buatan. Guna memenuhi fungsi utamanya sebagai material pengganti tulang, *bone graft* tak hanya memiliki sifat biokompabilitas yang tinggi, melainkan juga sifat mekanik yang bagus sehingga kuat seperti tulang manusia pada umumnya.

Saat ini, terdapat tiga metode penyembuhan, penguatan dan perbaikan fungsi tulang, yakni melalui *autograft*, *allograft*, dan *xenograft*. Setiap metode tersebut memiliki kekurangan dan kelebihan saat digunakan untuk memperbaiki tulang. Kelemahan *autograft* adalah sering menyebabkan komplikasi dalam penyembuhan luka, operasi tambahan, nyeri pada donor dan pasokan tulang tidak memadai untuk mengisi *gap* karena harus menggunakan tulang pasien itu sendiri. Sedangkan *allograft* dan *xenograft* sering terjadi reaksi infeksi, inflamasi, dan penolakan. Teknik *allograft* yang menggunakan tulang mayat, justru memiliki masalah dalam reaksi imunogenik dan resiko penyakit menular (AIDS dan hepatitis). *Xenograft* juga membawa resiko penyakit menular antar spesies karena menggunakan tulang dari hewan (Wahl 2006) (Venkatesan 2010). Keterbatasan tersebut memicu perkembangan riset di bidang biomaterial, yaitu dengan melakukan berbagai modifikasi dalam pembuatan biomaterial sintetik.

Hidroksiapatit (HA) telah dipelajari selama bertahun-tahun dan digunakan secara luas untuk pembuatan implan karena kesamaannya dengan fase mineral tulang. Selain itu, HA juga terbukti biokompatibel dengan tulang dan gigi manusia (Ivankovic 2010) (Earl 2006). HA dengan rumus kimia  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  adalah komponen anorganik utama dari jaringan keras tulang dan

menyumbang 60-70% dari fase mineral dalam tulang manusia. HA mampu menjalani ikatan osteogenesis dan relatif tidak larut *in vivo*. Banyak penelitian telah menunjukkan bahwa HA tidak menunjukkan toksisitas, respon peradangan, dan respon pirogenetik (menimbulkan demam) pada pasien. Selain itu, pembentukan jaringan fibrosa antara implan dan tulang sangat baik, dan memiliki kemampuan menjalin ikatan langsung dengan tulang *host*. HA menunjukkan sifat bioaktif dan osteokonduktif (Hui 2010) yang sangat bermanfaat dalam proses mineralisasi tulang (Dewi 2009.).

Namun dalam pengapliaksiannya, biokeramik seperti HA bersifat rapuh, sifat mekanik rendah dan ketidakstabilan struktur pada saat bercampur dengan cairan tubuh atau darah pasien. Sehingga perlu ditambahkan suatu material untuk memperbaiki sifat tersebut. Sementara ini, penambahan ion dopingan seperti Zn, Mg dan Si telah dilakukan untuk memperbaiki sifat mekanik HA. (Samik 2012) menjelaskan, penambahan ion Zn terhadap biokeramik HA secara efektif dapat membuat pertumbuhan butir menjadi lebih bagus dan meningkatkan sifat mekanik jika dibandingkan dengan ion Mg dan Si.

Di sisi lain, material biopolimer seperti Kitosan juga seringkali digunakan sebagai *filler* untuk memodifikasi sifat mekanik komposit HA. Penambahan kitosan pada HA dilaporkan mampu meningkatkan performa sifat mekanik komposit HA-Kitosan (Yildirim 2004). Oleh karena itu, dalam hal ini peneliti mengembangkan jenis biomaterial baru yakni komposit kitosan terhadap hidroksiapatit yang telah di doping Zn untuk mendapatkan sifat mekanik yang lebih optimal.

## 1.2 Perumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, maka permasalahan yang dihadapi dalam penelitian ini adalah:

1. Bagaimana pengaruh penambahan persen berat Kitosan terhadap sifat mekanik komposit Kitosan-HA yang didoping Zn?

2. Berapa banyak perbandingan komposisi komposit Kitosan-HA yang didoping Zn agar didapatkan sifat mekanik yang optimal?

### 1.3 Batasan Masalah

Untuk mendapatkan hasil akhir yang sesuai dengan yang diinginkan serta tidak menyimpang dari permasalahan yang ditinjau, maka batasan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Fluktuasi temperatur pada *hot plate* saat proses sintesis HA dianggap konstan.
2. Fluktuasi temperatur pada *furnace* saat proses *drying* dianggap konstan.
3. Serbuk Kitosan yang didapatkan kemurniannya berdasarkan standar produk atau tanpa adanya proses pemurnian.
4. Ukuran serbuk Kitosan yang digunakan dianggap sama sesuai dengan spesifikasi produk.
5. Ukuran HA-Zn yang digunakan dianggap sama.

### 1.4 Tujuan

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Menganalisis pengaruh penambahan persen berat Kitosan terhadap sifat mekanik komposit Kitosan-HA yang didoping Zn.
2. Menganalisis perbandingan komposisi komposit Kitosan-HA yang didoping Zn agar didapatkan sifat mekanik yang optimal.

### 1.5 Manfaat Program

Penelitian ini diharapkan dapat menghasilkan komposit Kitosan-HA yang didoping Zn sebagai kandidat material *bone substitute*. Selain itu, penelitian ini juga dapat digunakan sebagai

refrensi penelitian selanjutnya untuk terus mengembangkan teknologi komposit *bone substitute*.



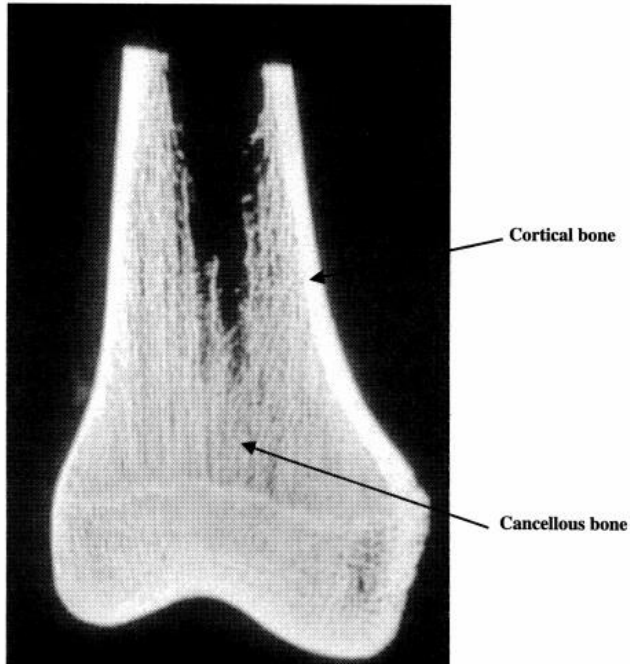
## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1 Tulang**

Tulang merupakan sebuah material yang tersusun secara kompleks dan berperan sebagai penghubung yang unik untuk jaringan. Secara fisik, tulang merupakan sebuah komponen yang keras, rigid dan kuat. Jika diamati secara mikroskopik, terdapat banyak sel yang berkembang biak dan substansi *intercellular* yang terbentuk dari serat kolagen di dalam tulang. Oleh karena itu, pemahaman dalam susunan tulang yang kompleks secara baik sangat dibutuhkan sebagai dasar untuk memahami bagaimana proses penyembuhan tulang dapat terjadi ketika terjadi kerusakan. Hal itu dapat dipahami dengan memahami sifat-sifat bio-mekanik dan biologikal dari tulang. Sehingga dapat ditentukan teknik penyembuhan tulang seperti apa yang menjadi pilihan tepat untuk memperbaiki kerusakan pada tulang tersebut.

Terdapat dua tipe tulang jika diamati secara makroskopik, yakni tulang kortikal (kompak) dan tulang *cancellous* (*spongy or trabecular*). Tulang kortikal memiliki material bagian terluar yang sangat keras dan rapat. Sehingga tulang ini memiliki peran penting dalam menerima beban bending. Sedangkan tulang *cancellous*, material tulang yang terdapat di bagian dalam tulang, berperan untuk menerima beban kompresi. Struktur tulang ini dapat dilihat pada gambar 2.1.



**Gambar 2. 1** Penampakan struktur tulang dengan teknik radiologi (*Nather 2005*).

Secara sifat mekanik, tulang kortikal memiliki kekuatan yang lebih tinggi dari pada tulang *cancellous*. Tulang kortikal memiliki nilai kekuatan tekan, kekuatan Tarik dan modulus elastisitas masing-masing sebesar 137.8 MPa, 68.9 MPa dan 13.8 GPa. Sedangkan nilai kekuatan tekan, kekuatan Tarik dan modulus elastisitas untuk tulang *cancellous* masing-masing sebesar 41.4 MPa, 3.5 MPa dan 3 GPa. Sifat-sifat mekanik tersebut dapat dilihat pada tabel 2.1 (Shi 2004).

## 2.2 Bone Graft

*Graft* adalah suatu bagian jaringan yang diambil dari satu tempat dan ditransplantasikan ke tempat lain, baik pada individu yang sama maupun yang berlainan. Tujuan proses ini adalah untuk memperbaiki suatu cacat yang disebabkan oleh penyakit, kecelakaan, atau anomali pertumbuhan dan perkembangan pada tulang. Dengan kata lain, *bone grafting* adalah operasi prosedural yang dilakukan dengan tujuan untuk menggantikan tulang yang hilang atau cacat menggunakan bone graft atau material pengganti tulang. (Ngoc 2012)

Osteogenesis, osteoinduksi dan osteokonduksi merupakan tiga elemen penting yang mempengaruhi ikatan antara tulang *host* dan material (tulang) pencangkok selama pertumbuhan tulang yang disebut osteointegrasi. Osteogenik menggambarkan kemampuan bertahan hidup sel selama proses transplantasi dan sel tersebut berpotensi berkembang biak serta berdiferensiasi untuk menjadi osteoblast dan akhirnya menjadi osteosit. Sedangkan di sisi lain, osteoinduksi adalah mekanisme stimulasi dan aktivasi sel induk inang terhadap jaringan di sekitarnya. Proses ini dimediasi oleh riam sinyal dan aktivasi beberapa tambahan dan intraseluler reseptor yang termasuk dalam osteoinduksi. Dan akhirnya, osteointegrasi menggambarkan ikatan permukaan antara tulang *host* dan material *grafting*.

Saat ini, terdapat tiga metode penyembuhan, penguatan dan perbaikan fungsi tulang, yakni melalui *autograft*, *allograft*, dan *xenograft*. *Autograft* yakni teknik pencangkokan tulang yang tulang cangkoknya diambilkan dari tulang pasien itu sendiri (*Autologous bone*). *Autologous bone* merupakan tulang yang sangat memenuhi standar dalam teknik pencangkokan tulang. Sebab tulang ini memiliki kemampuan optimal dalam mencukupi standar untuk sifat osteokonduktif, osteoinduktif dan osteogenik. Tulang iliac (pinggul) merupakan tulang yang paling banyak dipilih untuk diambil sebagai donor karena akses pengambilan yang mudah dan memiliki kualitas yang baik. Meski demikian, teknik ini memiliki kelemahan yang mengakibatkan rasa nyeri

berlebih akibat operasi tambahan. Kekurangan dari teknik ini yang lain yakni komplikasi dalam penyembuhan luka dan pasokan tulang yang terbatas. Selain itu, pasien yang memiliki penyakit tulang tertentu juga tidak bisa menggunakan teknik ini (Peter 2005).

Sadangkan untuk *Allograft* adalah teknik penggantian tulang yang paling banyak dipilih dan menjadi opsi kedua dalam *procedural* operasi cangkok tulang. Teknik *allograft* menggunakan tulang yang berasal dari mayat justru memiliki masalah dalam reaksi immonogenik dan resiko penyakit menular seperti AIDS dan hepatitis. Sedangkan *xenograft* sering terjadi reaksi infeksi, inflamasi, dan penolakan. Selain itu, *Xenograft* juga membawa resiko penyakit menular antar spesies karena menggunakan tulang dari hewan (Wahl 2006) (Venkatesan 2010).

## **2.3 Tulang Substitusi**

### **2.3.1 Kalsium Pospat**

Kalsium pospat merupakan biokeramik yang telah banyak digunakan dalam dunia medis dan gigi lebih dari 20 tahun. Terdapat beberapa macam senyawa kalsium pospat seperti Hidroksiapatit, Trikalsium pospat, Dikalsium pospat dan banyak lainnya. Fasa senyawa dari kalsium pospat yang banyak digunakan dalam dunia medis dan kedokteran gigi tergantung apakah material tersebut bioaktif atau resorbable seperti yang diinginkan. Berikut daftar jenis-jenis kalsium pospat yang sering digunakan sebagai bahan penelitian dalam dunia klinis dan sifat mekaniknya.

**Tabel 2. 1** Jenis-jenis senyawa Kalsium Pospat (Shi 2004)

Mineral Name	Chemical Name	Chemical Formula	Ca : P (Molar Ratio)
Monetite	Dikalsium Pospat (DCP)	$\text{CaHPO}_4$	1.00
Brushite	Dikalsium Pospat Dihidrate (DCPD)	$\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	1.00
	Octocalcium Pospat (OCP)	$\text{Ca}_5(\text{HPO}_4)_2(\text{PO}_4)_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	1.33
Whitlockite	Triksium Pospat	$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	1.50
Hidroksiapatite	Hidroksiapatit (HA)	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$	1.67

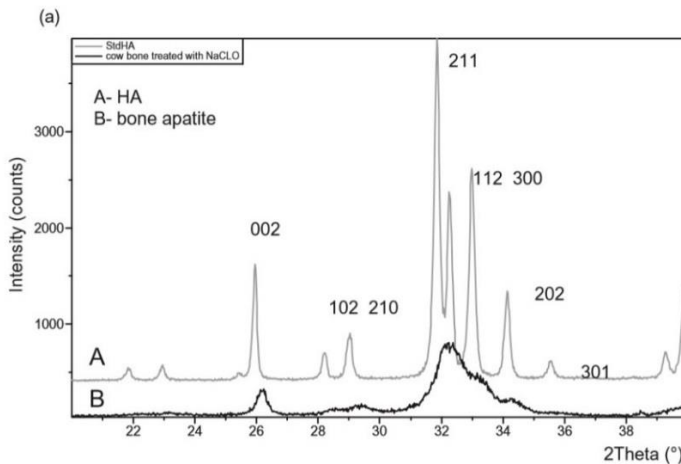
**Tabel 2. 2** Sifat fisik dari kalsium Pospat (*Park 1992*).

Sifat	Nilai
Modulus Elastisitas (GPa)	4.0-117
Kekuatan tekan (MPa)	294
Kekuatan <i>Bending</i> (MPa)	147
Hardness (Vickers, GPa)	3.43
Poisson's ratio	0.27
Density (theoretical, g/cm <sup>3</sup> )	3.16

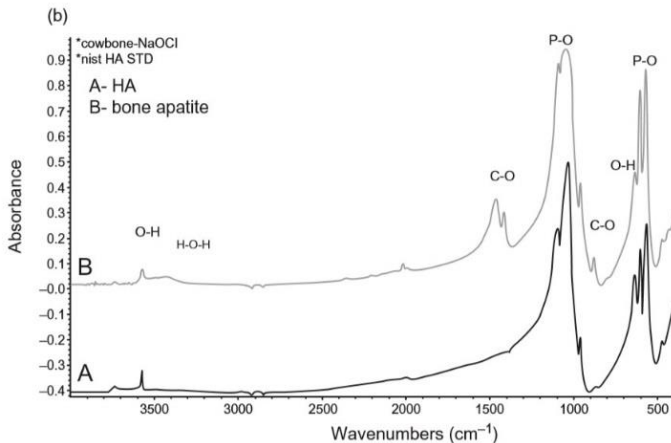
### 2.3.2 Hidroksiapatit (HA)

Hidroksiapatit (HA) merupakan salah satu jenis apatit atau kalsium pospat yang paling banyak digunakan dalam dunia kedokteran dikarenakan sifat biokompatibilitasnya yang bagus, kemiripan secara kandungan mineral kimia dan fisik yang sama dengan tulang dan gigi pada manusia. HA memiliki formula kimia  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  dengan molar ratio Ca/P sebesar 1.67 dan memiliki densitas sebesar  $3.156 \text{ g/cm}^3$  (Shi 2004)

Selain itu, HA juga banyak digunakan untuk reparasi tulang yang mengalami kerusakan, pelapisan logam protesa (implan) untuk meningkatkan sifat biologi dan mekanik serta juga sebagai media penghantaran obat (*drug delivery*). HA juga bersifat osseointegrasi, osteokonduksi, osteoinduksi, dan osteogenesis, ketika digunakan sebagai *bone graft*. Sehingga material ini cocok sebagai material *bone graft* yang ideal (Tin-Oo 2007) (Suzuki 2005). Berikut adalah profil perbandingan grafik XRD dan FTIR antara keramik HA sintetis dan tulang yang dapat dilihat pada gambar 2.2 dan 2.3.



**Gambar 2.2** Perbandingan profil XRD antara keramik HA sintetis dan tulang (Basu 2009).



**Gambar 2. 3** Perbandingan gambar FTIR spectra pada keramik HA sintetis dan tulang. (Basu 2009)

Meski HA memiliki kemiripan dengan tulang atau apatit biologis, keduanya memiliki perbedaan pada komposisi, stokiometri, sifat fisik dan sifat mekanik. Apatit biologis biasanya merupakan *Calcium-deficient* sebagai hasil dari berbagai macam poin substitusi pada *lattice* HA, oleh karena itu tidak tepat ketika biologis apatit hanya merujuk pada HA saja. Dikarenakan pergantian struktur Kristal *lattice* dan perbedaan komposisi, berikut perbedaan sifat fisik dan sifat mekanik antara apatit biologis dan HA sintetis ditampilkan oleh tabel 2.2.

**Tabel 2. 3** Perbedaan sifat mekanik dan sifat fisik antara apatit biologis dan HA sintetik (*Shi 2004*).

Sifat	Apatit Biologis		Hidroksiapatit
	In Enamel	In Bone	
Lattice parameter / nm	0.9441	0.9419	0.9442
a	0.6882	0.6880	0.6880
c			
Ukuran kristal / nm	130 x 30	25 x (2.5 – 5.0)	Dalam mikrometer
Elastic modulus (GPa)	14	7-30	10
Tensile Strenght (MPa)	70	50-150	~ 100

Namun dalam pengapliaksiannya, biokeramik seperti HA bersifat rapuh dan ketidakstabilan struktur pada saat bercampur dengan cairan tubuh atau darah pasien (Darwis. 2008). Sementara itu, penelitian sebelumnya menyebutkan bahwa pergantian ion di dalam struktur HA merupakan satu langkah yang berpotensi dapat meningkatkan sifat mekanik dan biologis HA.

### 2.3.3 HA didoping Seng (Zn)

Struktur apatit atau HA memiliki kemampuan untuk menerima ion substitusi seperti  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$  atau  $\text{OH}^-$  ke dalam latticenya. Pergantian ion tersebut dapat mempengaruhi perubahan susunan kristal, sifat fisik dan sifat mekanik dari apatit, seperti: lattice parameter, spectral properties, warna, morfologi, solubility dan kestabilan sifat termal. Selain itu, substitusi ion juga dapat



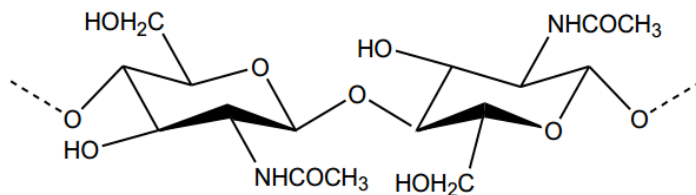
memberikan dampak pada respon cell yang ditumbuhkan secara in vitro.

Terdapat beberapa kation yang dapat mensubstitusi ion Ca dalam struktur apatit. Seperti Strontium (Sr), Barium (Br), dan Timbal (Pb) dapat mensubstitusi dengan sempurna ion  $\text{Ca}^{2+}$  hingga *yield*  $\text{Sr}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ ,  $\text{Ba}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  atau  $\text{Pb}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ . Hal itu dikarenakan  $\text{Sr}^{2+}$ ,  $\text{Ba}^{2+}$  dan  $\text{Pb}^{2+}$  memiliki jari-jari ion yang lebih besar jika dibandingkan dengan  $\text{Ca}^{2+}$ . Di antara ion logam, Seng (Zn) adalah salah satu material pendukung yang hadir di mineral tulang dengan jumlah yang banyak. Seng diketahui dapat meningkatkan kepadatan tulang dan mencegah tulang keropos (Ghosal 2012). Namun, mekanisme pendopongan *Zinc* pada HA hingga saat ini masih dalam penelitian. Ion  $\text{Zn}^{2+}$  diasumsikan menggantikan ion  $\text{Ca}^{2+}$  pada vakansi di struktur Kristal HA. (Shi 2004).

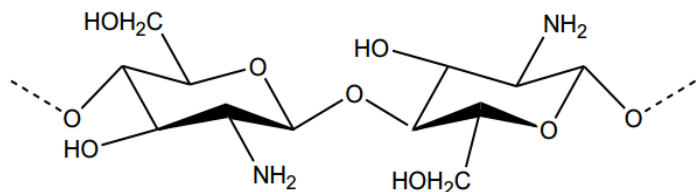
Ghosal, 2012 melakukan penelitian dengan membuat HA yang didoping dengan beberapa logam seperti Zn, Mg dan Si. Dalam penelitian tersebut, ia menyimpulkan bahwa penambahan ion Zn secara efektif dapat membuat pertumbuhan butir menjadi lebih bagus. Selain itu, Zn juga dapat meningkatkan sifat mekanik HA jika dibandingkan dengan pendopongan dengan menggunakan ion Mg ataupun Si.

## 2.4 Kitosan

Kitosan adalah polisakarida rantai lurus yang tersusun oleh monomer glukosamin yang terhubung melalui ikatan (1-4)  $\beta$ -Glukosidik. Kitosan diperoleh dari proses deasetilasi kitin. Struktur kimia kitin dan kitosan dapat dilihat pada **gambar 2.1**.



**Gambar 2. 4** Struktur kimia Kitin (Islam, et al. 2011).



**Gambar 2. 5** Struktur kimia Kitosan (Islam, et al. 2011).

Kitosan banyak didapatkan dari limbah perikanan, seperti kulit udang dan cangkang kepiting dengan kandungan kitin antara 65-70 persen. Sumber bahan baku Kitosan lainnya yakni berasal dari kalajengking, jamur, cumi, gurita, laba-laba dan ulat sutra.

Secara umum, cangkang kulit udang mengandung 27,6% mineral, 34,9% protein, 18,1% khitin, dan komponen lain seperti zat terlarut, lemak dan protein tercerna sebesar 19,4 % (Suhardi, 1992). Oleh karena itu, untuk memperoleh (isolasi) khitin dari cangkang udang melibatkan proses-proses pemisahan mineral (*demineralisasi*) dan pemisahan protein (*deproteinasi*). Proses *deproteinasi* bertujuan untuk menghilangkan kandungan protein dalam bahan baku yang pada mulanya protein ini berikatan kovalen dengan khitin. Proses ini dilakukan dengan menggunakan larutan basa NaOH panas dalam waktu yang relatif lama. Sedangkan proses *demineralisasi* dilakukan untuk menghilangkan garam-garam anorganik atau kandungan mineral yang ada pada khitin terutama  $\text{CaCO}_3$ . Hal ini dilakukan dengan menggunakan larutan

asam HCl encer pada suhu kamar. Hasil dari proses ini disebut khitin.

Khitin sendiri merupakan senyawa yang stabil terhadap reaksi kimia, tidak beracun (*non toxic*) dan bersifat *biodegradable*. Khitin juga tidak larut dalam air (bersifat hidrofobik), alkohol, serta tidak larut dalam asam maupun alkali encer. Khitin dapat larut dengan proses degradasi menggunakan asam-asam mineral pekat dan asam formiat anhidrous, namun tidak jelas apakah semua jenis khitin dapat larut dalam asam formiat anhidrous.

Khitin memiliki pengaturan 2,4-trans substituen dalam unit-unit monosakaridanya, dan sangat stabil terhadap umumnya reagensia, termasuk larutan alkali dalam air. Khitosan diketahui sebagai khitin yang tiga dari empat gugus asetilnya dihilangkan. Perlakuan lama terhadap khitin dengan larutan NaOH pekat dan panas menghasilkan deasetilasi yang hampir sempurna tetapi produknya mengalami degradasi.

Dari khitin dapat dihasilkan khitosan dengan menghilangkan gugus asetil ( $\text{CH}_3\text{-CO}$ ) sehingga molekul dapat larut dalam larutan asam, proses ini disebut sebagai deasetilasi, yaitu menghasilkan gugus amina bebas ( $\text{-NH}$ ) agar khitosan memiliki karakteristik sebagai kation. Secara umum derajat deasetilasi untuk khitosan sekitar 60 %, dan sekitar 90 – 100 % untuk khitosan yang mengalami deasetilasi penuh. Harga ini tergantung dari bahan baku khitin yang digunakan dan proses yang dijalankan (Suhardi 1992).

Kitosan memiliki karakter bioresorbabel, biokompatibel, non-toksik, non-antigenik, biofungsional dan osteokonduktif. Karakter osteokonduktif yang dimiliki kitosan dapat mempercepat pertumbuhan osteoblas pada nanokomposit HA-kitosan sehingga dapat mempercepat pembentukan mineral tulang (Istifarah 2012).

Karena sifatnya tersebut, kitosan memiliki kegunaan yang cukup luas dalam medis (Goosen 1997). Serat kitosan digunakan sebagai benang jahit dalam pembedahan yang dapat diserap oleh tubuh manusia, sebagai perban penutup luka dan sebagai carrier obat-obatan. Kitosan juga mempengaruhi proses pembekuan darah sehingga dapat digunakan sebagai haemostatik. Kitosan juga

bersifat dapat didegradasi secara biologis, tidak beracun, dan biokompatibel (Purnawa 2008).

Namun penting untuk diketahui bahwa kualitas kitosan dapat diketahui dari besarnya derajat deasetilasi atau besar persen gugus asetil yang dapat dihilangkan dari kitin. Kualitas kitosan dapat diketahui dari besarnya derajat deasetilasi atau besar persen gugus asetil yang dapat dihilangkan dari kitin. Derajat deasetilasi merupakan parameter penting yang mempengaruhi kelarutan, reaktivitas kimia, dan sifat biodegradabel. Bergantung dari sumber dan prosedur preparasi, deajat deasetilasi bervariasi mulai dari 30% hingga 95% (Islam, et al. 2011). Kitosan dengan deasetilasi sempurna 100% jarang terjadi karena gugus asetat yang berdekatan ke gugus hidroksil cis dapat mengalami deasetilasi, tetapi gugus trans lebih resisten (Suhardi 1992). Derajat deasetilasi dapat di ketahui dengan menggunakan metode base line yang diusulkan oleh Domszy dan Rovert melalui persamaan 2.1 (Khan Reporting degree of deacetylation values of chitosan: The influence of analytical methods).

$$DD = 100 [(A_{1588}/A_{3410}) \times 100] / 1.33].....Pers (2.1)$$

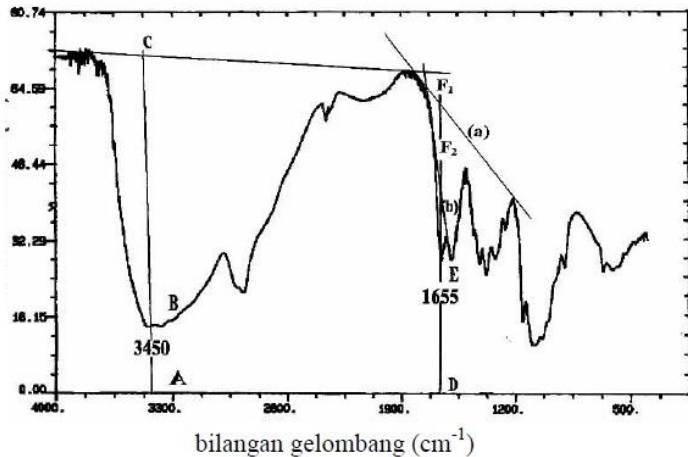
Dengan,

A :  $\log(P_o/P) = \text{absorbansi}$

$A_{1655}$  : Absorbansi pada panjang gelombang 1655 cm untuk serapan gugus amida ( $\text{NH}_2$ )

$P_o$  : AC dan DF1

P : AB dan DE



**Gambar 2. 6** Garis dasar untuk metode base line (*Khan Reporting degree of deacetylation values of chitosan: The influence of analytical methods*)

(Purnawa 2008), dalam penelitiannya menyebutkan bahwa besarnya derajat deasetilasi ini sangat dipengaruhi oleh konsentrasi basa, temperatur, waktu dan pengulangan proses selama pembentukan kitosan.

## 2.5 Aplikasi Komposit Sebagai Biomaterial

Material komposit menawarkan banyak keuntungan jika dibandingkan dengan material homogen. Sebab, pengabungan dua fasa material memungkinkan kita untuk mendapatkan sifat-sifat tertentu yang sesuai dengan keinginan. Meski demikian, dalam ruang lingkup material-bio, merupakan hal yang penting bahwa setiap konstituen penyusun komposit memiliki sifat biokompatibel, dan ikatan *interface* antara konstituen penyusun tidak terdegradasi oleh cairan tubuh atau lingkungan saat diaplikasikan (Park 1992).

Beberapa macam material rekayasa yang pernah dibuat seperti stainless steel, paduan kobalt – kromium, paduan titanium, alumina dan zirconia telah banyak digunakan dalam dunia ortopedi

sebagai material pengganti tulang. Mengacu kepada hukum wolff, tulang akan merekayasa pertumbuhan ulang dalam sebuah lingkungan mekanik yang baru, sehingga besarnya stress dan strain material pengganti tulang terikat dalam sebuah nilai yang cukup spesifik. Jika material implant yang ditempatkan dalam tulang terlalu kaku, tulang akan ditekan untuk mengurangi beban mekanik. Berikut adalah sifat-sifat mekanik dari beberapa material implant dan jaringan skeletal (Shi 2004).

**Tabel 2. 4** Sifat mekanik dari beberapa material implan dan jaringan sketel (*Shi 2004*).

Material	E (GPa)	$\varepsilon$ (MPa)	$\Sigma$ (%)	$K_{IC}$ (MN.m <sup>-3/2</sup> )
Alumina	400	450	~0.5	~3
Co – Cr Alloys	230	900 - 1540	10 – 30	~100
Austenitic Stainless steel	200	540- 1000	6 – 70	~100
Ti-6 Al-4V alloy	106	900	12.5	~80
HDPE	1	30	>300	-
Cortical Bone	7 - 30	50 - 150	1 – 3	2 – 12
Cancellous Bone	0.05 – 0.5	10 - 20	5 – 7	-
Tendon	1	80 - 120	10	-

## 2.6 Penelitian Sebelumnya

Pada penelitian sebelumnya, (Istifarah 2012) meneliti menggunakan tulang sotong (*Sepia sp.*) untuk mendapatkan hidroksiapatit (HA). HA diperoleh dengan reaksi hidrotermal antara 1M aragonit ( $\text{CaCO}_3$ ) dari *lamellae* tulang sotong dan 0,6 M  $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$  dengan suhu  $200^\circ\text{C}$  dan variasi durasi 12, 24 dan 36 jam. Kemudian disintering dengan suhu  $1000^\circ\text{C}$  selama 1 jam. Sintesis komposit HA-kitosan dilakukan dengan metode pencampuran sederhana dengan variasi kitosan dari 20% hingga 35%. Hasilnya menunjukkan bahwa penambahan kitosan dapat meningkatkan viabilitas sel dari 87,00% menjadi 97,11% dan meningkatkan sifat mekanik. Namun, komposit HA dari tulang sotong-kitosan hanya dapat diaplikasikan sebagai *bone filler* pada tulang *cancellous* karena kekuatan tekan yang didapatkan hanya sebesar  $(5,241 \pm 0,063)$  MPa. Kemudian Ghosal pada 2012 menjelaskan, penambahan ion logam seperti Zn, Mg dan Si terhadap biokeramik HA berpotensi meningkatkan sifat mekanik HA. Dalam penelitiannya, diketahui ion dopingan Zn secara efektif dapat membuat pertumbuhan butir menjadi lebih bagus dan meningkatkan sifat mekanik jika dibandingkan dengan ion Mg dan Si. Oleh karena itu, dalam hal ini peneliti mengembangkan jenis biomaterial baru melalui pembuatan komposit Kitosan terhadap Hidroksiapatit yang sudah didoping seng terlebih dahulu untuk mendapatkan sifat mekanik yang optimal. Proses sintesis Hidroksiapatit didoping menggunakan Zn dilakukan melalui metode sol gel.

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*



### **BAB III**

#### **METODOLOGI PENELITIAN**

Penelitian ini dilakukan dengan menggunakan metode pendekatan eksperimen. Pendekatan ini dilakukan untuk mempelajari pengaruh persen berat komposit Kitosan/HA-Zn terhadap sifat mekanik material *bone substitute*.

### **3.1 Sintesis Hidroksiapatit Didoping Zn**

#### **3.1.1 Bahan Penelitian**

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

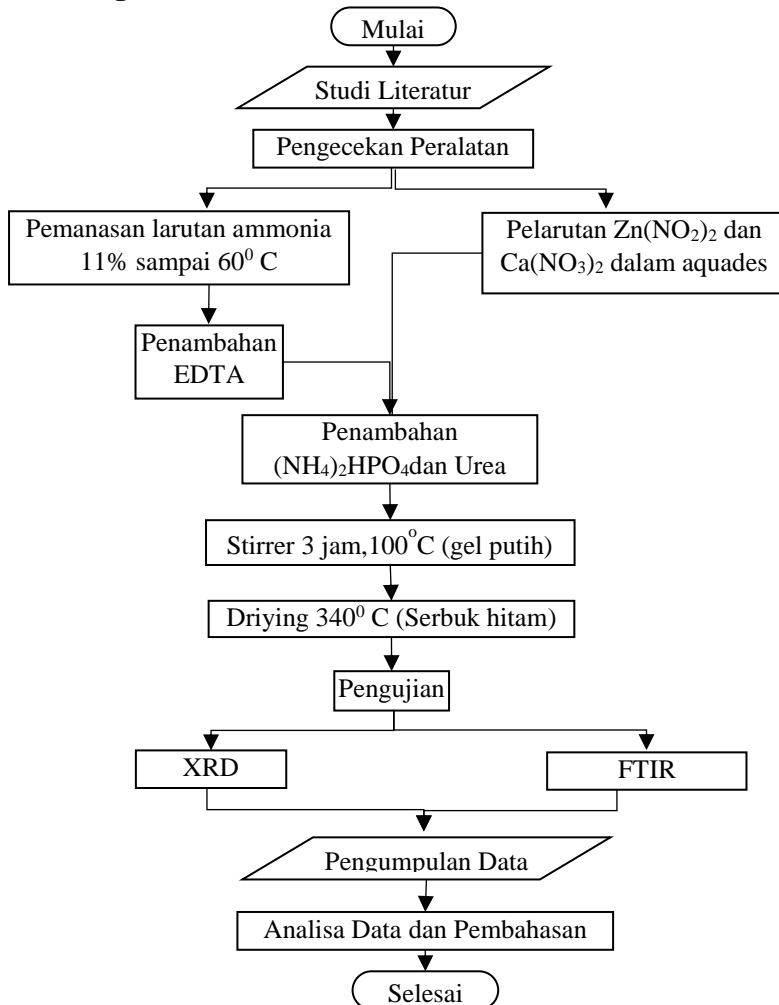
1. Kalsium Nitrat ( $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ )  
Kalsium nitrat yang digunakan adalah kalsium nitrat tetrahidrat dengan merk dagang SAP dalam bentuk padatan garam. Kalsium nitrat digunakan sebagai material sumber Ca.
2. Di-amonium Dihidrogen Pospat ( $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ )  
Di-amonium hydrogen pospat digunakan sebagai material sumber unsur P.
3. Seng Nitrat  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$   
Seng nitrat yang digunakan adalah seng nitrat tetrahidrat dengan merk SAP dalam bentuk padatan garam. Zinc Nitrat Tetrahidrat digunakan sebagai material sumber dopan yakni Zn.
4.  $\text{NH}_4\text{OH}$   
Larutan ammonium diguakan sebagai pelarut.
5. UREA  
Urea digunakan sebagai pengental larutan.
6. EDTA  
EDTA digunakan sebagai agen pengental larutan campuran untuk mencegah formasi endapan langsung dari ion kalsium dalam proses pembentukan gel.

#### **3.1.2 Alat Penelitian**

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut;

1. Neraca analitik merek Mettler Toledo yang digunakan untuk mengetahui massa bahan.
2. Magnetic stirrer yang digunakan untuk mencampur bahan campuran saat proses sintesis.
3. Furnace
4. Backer Glass
5. Gelas Ukur
6. Cawan Petri
7. Pipet
8. Termometer
9. Mortar

### 3.1.3 Diagram Alir Percobaan



**Gambar 3. 1** Diagram alir sintesis Hidroksiapatit didoping Seng dengan metode sol gel.

### 3.1.4 Prosedur Penelitian

Prosedur cara membuat HA-Zn dilakukan berdasarkan metode yang sudah dilakukan oleh D. Norhidayu tahun 2008 dengan menggunakan metode sol gel. Fraksi mol penambahan unsur doping digunakan sebanyak 15%. Berikut adalah langkah-langkah percobaannya.

1. Membuat larutan ammonium 11% sebanyak 50 ml di dalam beaker glass.
2. Memanaskan larutan tersebut pada temperatur 60<sup>0</sup> C.
3. Menambahkan 14 gram EDTA kedalam larutan tersebut dan diaduk hingga terlarut.
4. Setelah larutan menjadi jernih, larutan kemudian ditambahkan ke dalam 450 ml larutan yang mengandung 10 gr Kalsium Nitrat Tetrahidrat dan 1,13 Zinc Nitrat Tetrahidrat.
5. Kemudian diikuti dengan penambahan di-amonium hidrogen pospat sebanyak 3,345 gram dan urea sebanyak 3,45 gram saat larutan mencapai 60<sup>0</sup> C.
6. Mengaduk campuran larutan selama 3 hingga 4 jam pada temperature 100<sup>0</sup> C hingga didapatkan gel berwarna putih.
7. Kemudian mengeringkan gel yang didapat pada temperatur 340<sup>0</sup> C selama 3 jam.
8. Serbuk hitam yang dihasilkan kemudian dilakukan kalsinasi pada temperatur 900<sup>0</sup> C selama 3 jam. Hasil akhir sampel kemudian dihaluskan menggunakan mortar

## 3.2 Sintesis Komposit Kitosan HA-Zn

### 3.2.1 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. HA-Zn  
HA-Zn yang digunakan adalah HA-Zn berupa serbuk dengan ukuran 1-10  $\mu\text{m}$ .
2. Larutan Asam Asetat 3% M.
3. Kitosan

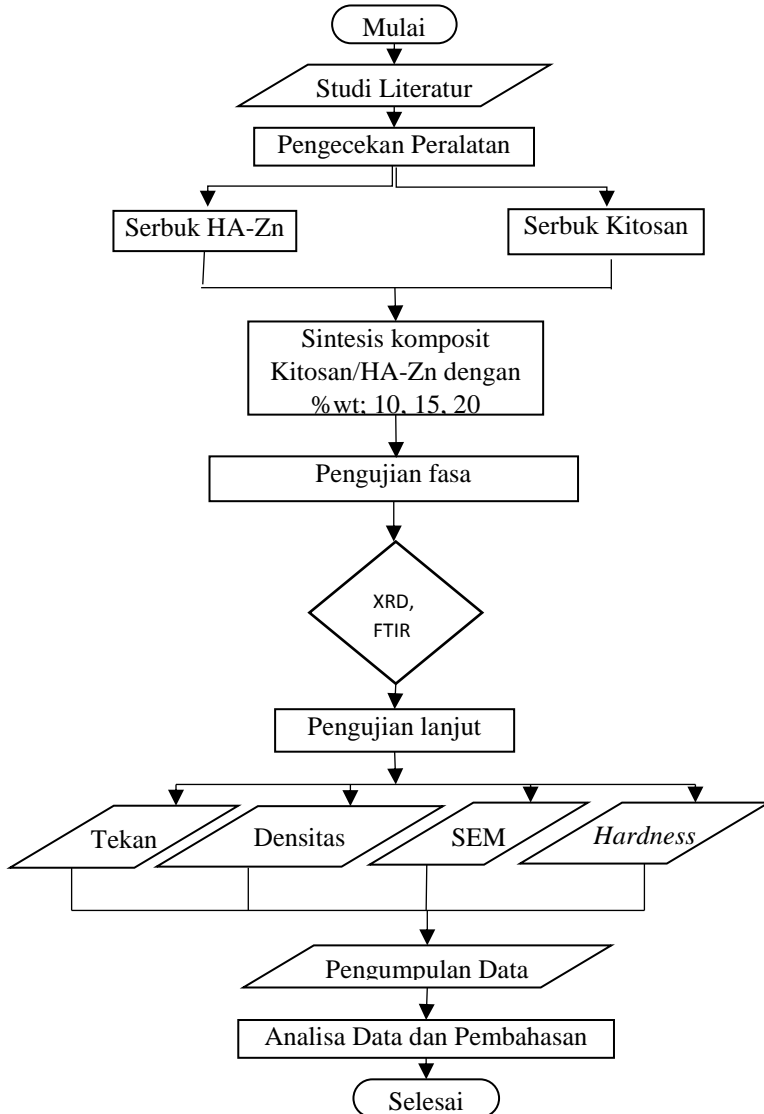
Bahan Kitosan yang digunakan berbentuk serbuk yang didapatkan dari CV. Biochitosan dengan derajat deasetilasi sebesar 84% yang dihitung berdasarkan Gambar 4.7 dengan menggunakan persamaan 2.1.

### **3.2.2 Alat Penelitian**

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Neraca analitik merek Mettler Toledo yang digunakan untuk mengetahui massa bahan.
2. *Magnetic stirrer* yang digunakan untuk mencampur bahan campuran saat proses sintesis.
3. Furnace
4. Backer Glass
5. Gelas Ukur
6. Cawan Petri
7. Pipet
8. Termometer

### 3.2.3 Diagram Alir Percobaan



**Gambar 3. 2** Diagram alir sintesis komposit Kitosan/HA-Zn.

### 3.2.4 Prosedur Penelitian

Sintesis komposit Kitisan/HA-Zn dilakukan menggunakan metode pencampuran seperti yang sudah dilakukan oleh Istifarah dalam penelitiannya tahun 2012. Berikut adalah langkah-langkah prosedur pembuatan komposit Kitisan/HA-Zn:

1. Melarutkan 1 gram kitosan ke dalam 100 ml asam asetat 3%.
2. Mencampuran kemudian dipanaskan pada temperature  $70^{\circ}\text{C}$  selama 1 jam dan diaduk dengan temperatur konstan.
3. Setelah itu menambahkan serbuk HA sebanyak 9 gram kedalam larutan kitosan dan tetap mengaduknya selama satu jam hingga didapatkan hasil berupa bubur.
4. Kemudian bubur didiamkan selama 24 jam pada temperatur kamar untuk menghilangkan gelembung udara pada campuran.
5. Kemudian mengkeringkan campuran selama 24 jam pada temperature  $70^{\circ}\text{C}$  di dalam oven.
6. Hasil akhir berupa komposit dalam bentuk bubuk yang sebelumnya sudah dihaluskan dengan mortar.
7. Melakukan prosedur 1-6 untuk komposisi komposit 15% dan 20% Kitosan.

## 3.3 Karakterisasi Material

### 3.3.1 Pengujian *X-Ray Diffraction* (XRD)

Pengujian XRD dilakukan di Laboratorium Karakterisasi Material Jurusan Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS dengan mesin PAN Analytical XRD. Pengujian XRD bertujuan untuk mengidentifikasi unsur atau senyawa yang terbentuk, dan mengamati struktur Kristal yang terbentuk. Data hasil pengujian XRD berupa grafik puncak intensitas terhadap sudut 2 theta ( $2\theta$ ). Prinsip dasar XRD adalah mendifraksi cahaya yang melalui celah Kristal. Difraksi cahaya oleh kisi-kisi atau Kristal ini dapat terjadi apabila difraksi tersebut berasal dari radius yang memiliki panjang gelombang yang setara dengan jarak antar atom, yaitu sekitar 1 Angstrom. Ketika berkas sinar X berinteraksi dengan suatu material, maka sebagian berkas akan diabsorpsi, ditransmisikan, dan sebagian lagi dihamburkan terdifraksi. Hamburan terdifraksi inilah yang

dideteksi oleh XRD. Berkas sinar X yang dihamburkan tersebut ada yang saling menghilangkan karena berbeda fasa dan ada juga yang saling menguatkan karena fasa yang identik. Ukuran kristallinitas juga dapat diprediksi dari hasil XRD. Berdasarkan metode Schreer, semakin kecil ukuran kristal, maka semakin lebar puncak difraksi yang dihasilkan.

### 3.3.2 Pengujian Scanning Electron Microscopy/Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (SEM/EDX)

Pengujian SEM/EDX dilakukan di Laboratorium Karakterisasi Material Jurusan Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS. Pengujian SEM bertujuan untuk mengamati morfologi komposit kitosan-hidroksiapatit didoping seng yang terbentuk. Gambar alat SEM-EDX dapat dilihat pada gambar 3. 3.



**Gambar 3. 3** Alat uji SEM-EDX

Pengujian yang dilakukan dilengkapi dengan EDX sehingga dapat mengidentifikasi unsur yang ada pada spesimen. Data hasil SEM/EDX berupa gambar dengan perbesaran serta grafik yang menunjukkan intensitas unsur tertentu yang terdapat pada spesimen uji. Prinsip dasar SEM adalah memfokuskan sinar elektron (*electron beam*) di permukaan obyek dan mengambil gambarnya dengan mendeteksi elektron yang muncul dari permukaan obyek. Jika



elektron mengenai suatu benda maka akan timbul dua jenis pantulan yaitu pantulan elastis dan non-elastis. Dari pantulan non-elastis didapatkan sinyal elektron sekunder dan karakteristik sinar X. Sedangkan dari pantulan elastis didapatkan sinyal *backscatteredelectron* (BSE). Pada SEM, gambar dibuat berdasarkan deteksi BSE yang muncul dari permukaan sampel ketika permukaan sampel dipindai dengan elektron. Elektron-elektron yang terdeteksi selanjutnya diperkuat sinyalnya, kemudian besar amplitudonya ditampilkan dalam gradasi gelap terang pada monitor CRT (*Cathode Ray Tube*). Sedangkan prinsip kerja EDX adalah melalui sinar X karakteristik. Pada saat ditembakkan dengan elektron, elektron pada kulit terdalam akan terkesitasi dari kulit sehingga meninggalkan vakansi. Elektron dari kulit luar harus melepaskan sebagian energy agar dapat berpindah ke kulit dalam. Energi yang dilepas dipancarkan dalam bentuk sinar X. Sinar X inilah yang diserap EDX dan ditampilkan dalam bentuk grafik puncak-puncak yang mewakili unsur tertentu.

### 3.3.3 Pengujian Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)

Alat FTIR yang digunakan adalah *thermo scientific* pada Gambar 3.4 FTIR dengan wavelength  $500\text{--}4.000\text{ cm}^{-1}$ , digunakan untuk mengetahui rantai maupun gugus yang terdapat dalam semua sampel yang menunjukkan keberadaan HA-Zn dan Kitosan.



**Gambar 3. 4** Alat uji FTIR.

Prinsip dasar pengujian FTIR adalah interaksi energy dengan suatu materi. Saat spesimen uji ditembakkan dengan sinar inframerah, atom-atom dalam spesimen uji akan bergetar atau bervibrasi sebagai akibat energi yang berasal dari sinar inframerah tidak cukup kuat untuk menyebabkan terjadinya atomisasi ataupun eksitasi elektron. Besar energi vibrasi setiap komponen molekul berbeda-beda tergantung pada kekuatan ikatan yang terdapat pada molekul.

#### **3.3.4 Pengujian berat jenis material (bulk density)**

Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh komposisi berat kitosan terhadap berat jenis komposit yang telah berhasil dibuat. Pengujian ini dilakukan berdasarkan DIN 2738 untuk pengujian dalam menentukan berat jenis material berpori.

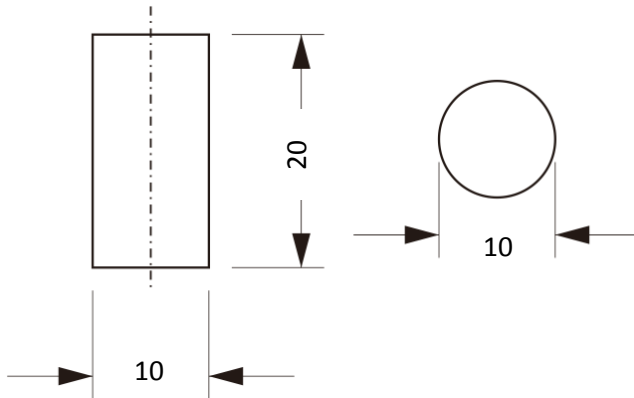
Pertama-tama sampel dikompaksi menggunakan cetakan berdiameter 1 cm menggunakan pembebanan 5 ton dengan waktu tekan 10 selama 10 menit. Kemudian sampel dikeringkan ke dalam oven pada temperature  $110^{\circ}\text{C}$  selama satu jam untuk menghilangkan uap air yang terperangkap di dalam material. Setelah itu material ditimbang menggunakan *hydrostatic balance* dalam udara bebas

untuk mendapatkan ( $m_1$ ). Kemudian material direndam ke dalam air yang sudah dihitung terlebih dahulu massanya. Kemudian mencatat kenaikan massa sebagai ( $m_2$ ). *Bulk density* kemudian dapat dihitung dengan menggunakan rumus sebagai berikut:

$$\rho_b = \frac{m_1}{m_2} \dots\dots\dots \text{pers (3.1)}$$

### 3.3.5 Pengujian compressive strenght

Pengujian *compressive strength* dilakukan untuk mengetahui kekuatan tekan material. Pengujian ini dilakukan atas dasar kebutuhan sifat mekanik dan bagaimana respon tulang saat menerima beban tekan. Pengujian dilakukan di Laboratorium Beton dan Bahan Bangunan Jurusan Teknik Sipil ITS. Pembuatan spesimen dilakukan dengan proses kompaksi menggunakan pembebanan sebesar 5 ton dengan diikuti waktu tehan selama 10 menit. Berikut adalah gambar dimensi spesimen uji dan gambar alat uji kuat tekan.



**Gambar 3. 5** Dimensi spesimen uji tekan (satuan dalam mm)



**Gambar 3. 6** Alat uji tekan.

Perhitungan kekuatan tekan dan modulus elastisitas dilakukan menggunakan persamaan 3.2 dan 3.3.

$$S_u = \frac{P_{\max}}{A} \dots\dots\dots \text{pers 3.1}$$

$$E = \frac{\Delta\sigma}{\Delta\varepsilon} \dots\dots\dots \text{pers 3.2}$$

Keterangan:

$S_u$  = Kekuatan tekan (MPa)

$P_{\max}$  = Beban maksimal (N)

$A$  = *Original cross-sectional area* (mm<sup>2</sup>)

$\sigma$  = Stress pada daerah lower yield

$\varepsilon$  = Strain pada lower yield

$$A = \pi d^2/4 \dots\dots\dots \text{pers 3.3}$$

### 3.3.6 Pengujian kekerasan

Pengujian kekerasan dilakukan untuk mengetahui nilai kekerasan yang dimiliki oleh komposit Kitosan/HA-Zn yang telah dikompaksi menggunakan cetakan berdiameter 15 mm dengan

tinggi 10 mm. Proses kompaksi dilakukan dengan pembebanan sebesar 5 ton diikuti waktu tekan selama 10 menit. Pengujian kekerasan ini dilakukan berdasarkan ASTM c 1327 – 08 *Test Methods for Vickers Indentation Hardness of Advanced Ceramics*. Dalam melakukan pengujian kekerasan ini, alat yang digunakan adalah Universal Hardness Tester. Pengujian ini menggunakan metode Vickers dengan indenter berbentuk intan yang memiliki diameter 2,5 mm dengan pembebanan sebesar 30 Kg dan waktu indentasi yang diberikan selama 10 detik.

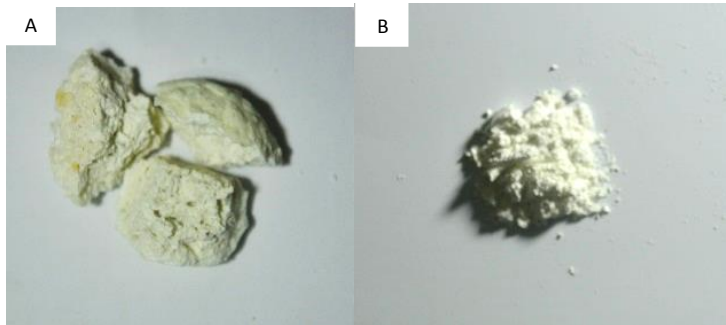
*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

## BAB IV

### ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

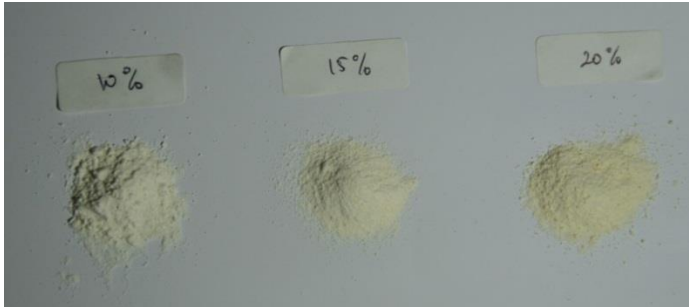
#### 4.1 Analisis Hasil Sintesis Hidroksiapatit di Doping Zn

HA-Zn dengan konsentrasi ion dopingan sebesar 15 % mol berhasil dibuat dengan menggunakan metode sol gel. Proses sintesis dilakukan pada temperatur kalsinasi sebesar 900<sup>0</sup> C selama 3 jam.



**Gambar 4. 1** HA-Zn hasil proses kalsinasi (a) dan HA-Zn serbuk (b).

Gambar 4.1 merupakan hasil akhir HA-Zn setelah proses kalsinasi yang ditunjukkan oleh gambar 4.1 (A), dan HA-Zn yang telah dihaluskan ditunjukkan oleh gambar 4.2 (B). Setelah menjadi serbuk, HA-Zn kemudian dikompositkan dengan Kitosan dengan perbandingan persen berat sebesar 10%, 15% dan 20%. Serbuk komposit hasil sintesis dapat dilihat pada gambar 4.2.

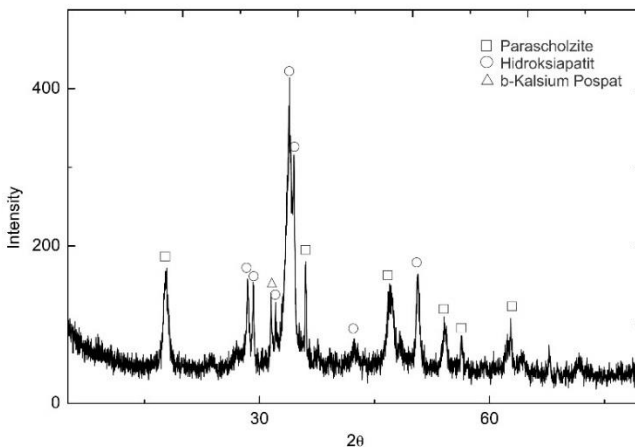


**Gambar 4. 2** Serbuk komposit hasil sintesis Kitosan/HA-Zn

## 4.2 Analisis Data XRD

### 4.2.1 XRD HA-Zn

Grafik hasil pengujian XRD untuk serbuk HA-Zn yang didoping dengan Zn ditunjukkan pada gambar 4.3. Pada gambar tersebut terlihat bahwa puncak-puncak yang teridentifikasi memiliki bentuk yang tajam dengan intensitas tinggi. Hal ini mengindikasikan bahwa fasa senyawa yang terbentuk berupa kristalin.



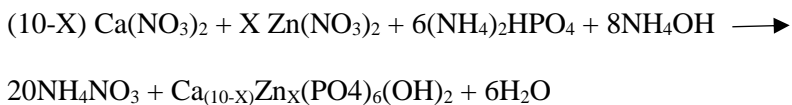
**Gambar 4. 3** Grafik hasil Uji XRD HA-Zn 15% mol.



Pada gambar 4.3, terlihat bahwa telah terbentuk senyawa Hidroksiapatit ( $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$ ) pada 20 28,5129 ; 29,2218 ; 32,0721 ; 33,8862 ; 34,5513 ; 46,9544 dan 50,6852 derajat. Hal ini sesuai dengan data ICDD 01-086-0740 saat dilakukan pengujian menggunakan *Highscore*. Selain HA, senyawa berupa  $\beta$ -Kalsium Pospat juga teridentifikasi. Hal ini ditandai dengan adanya puncak di 20 sama dengan 31,5281<sup>0</sup> dan diperkuat dengan data ICDDno 00-003-0604. Kedua fasa tersebut biasa disebut sebagai Biphasic Calcium Phospate (BCP).

Norhidayu, D (2008) mengatakan, senyawa  $\beta$ -Kalsium Pospat dapat terbentuk akibat proses pemanasan yang dilakukan pada temperatur tinggi. Dalam penelitiannya, ia menjadikan temperatur sebagai variabel bebas untuk mengetahui pengaruh temperatur terhadap senyawa dan ukuran partikel yang terbentuk. Ia melaporkan bahwa b-kalsium pospat dapat terbentuk saat dilakukan proses kalsinasi diatas 800<sup>0</sup> C. Ia juga menyimpulkan bahwa semakin tinggi temperatur kalsinasi yang digunakan, semakin banyak senyawa  $\beta$ -Kalsium Pospat yang terbentuk.

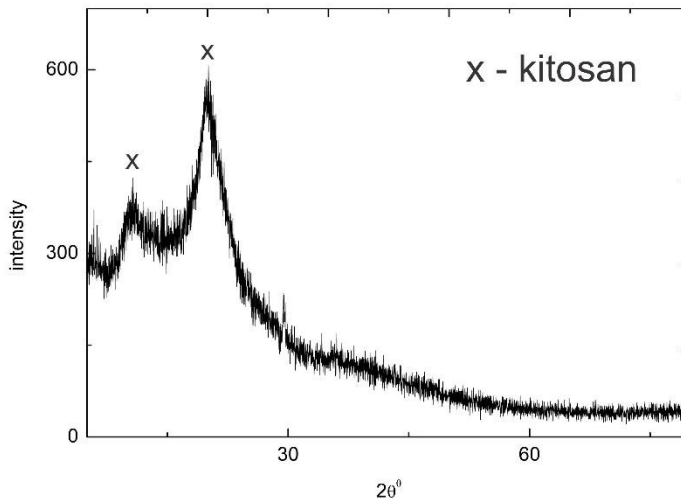
Selain kedua senyawa itu, senyawa baru berupa Parascholzite ( $\text{CaZn}_2(\text{PO}_4)_2(\text{H}_2\text{O})_2$ ) juga teridentifikasi pada 17,8024 ; 36,0161 ; 47,4072 ; 54,1668 ; 56,3178 dan 62,7706. Di mana hal ini sesuai dengan data ICDD no 01-073-8416 saat dilakukan analisis menggunakan *Highscore*. Pembentukan senyawa Parascholzite diakibatkan adanya dopingan ion Zn. Hasil tersebut diperkuat dengan penelitian (Norhidayu 2008) yang mengatakan bahwa senyawa Parascholzite dapat terbentuk ketika jumlah ion Zn yang ditambahkan dimulai dari 15% mol. Reaksi pembentukan dari kalsium pospat yang didoping Zn dapat dilihat di bawah ini,



Secara teori, Parascholzite terbentuk karena perubahan susunan Kristal HA. Ion Zn yang memiliki jari-jari atom sebesar 0.074 nm dan lebih kecil dibandingkan dengan Ca sebesar 0.099 nm, masuk ke dalam susunan Kristal HA. Oleh karena itu mekanisme cacat krsital HA dalam hal ini diasumsikan terjadi secara substitusi. Seperti halnya pada penelitian Miyaji (2004) yang mengatakan bahwa mekanisme dopingan pada perubahan susunan kristal terjadi secara substitusi.

#### 4.2.2 XRD Kitosan

Grafik hasil pengujian XRD untuk serbuk Kitosan ditunjukkan pada gambar 4.4. Pada gambar tersebut, terlihat bahwa puncak-puncak yang teridentifikasi memiliki bentuk yang lebar. Sehingga hal ini mengindikasikan bahwa fasa senyawa yang terbentuk berupa amorfus.

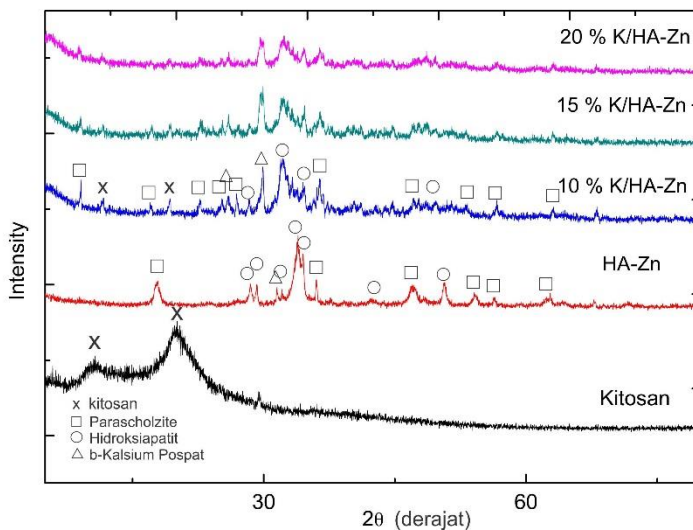


**Gambar 4. 4** Grafik hasil uji XRD serbuk Kitosan.

Pada gambar 4.4, terlihat bahwa terdapat puncak pada  $2\theta$   $10,7^\circ$  dan  $20,09^\circ$  milik Kitosan. (Arafat, A 2015) menjelaskan, Kitosan memiliki pola puncak grafik XRD yang khas yang teridentifikasi pada  $2\theta$   $9-10^\circ$  dan  $19-20^\circ$ . (Trung, 2006), puncak-puncak tersebut akan mengalami pergeseran sedikit tergantung seberapa besar derajat deasetilasi Kitosan.

#### 4.2.3 XRD Komposit Kitosan/HA-Zn

Pengujian XRD pada serbuk komposit Kitosan/HA-Zn dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui kemungkinan terjadinya perubahan senyawa atau pembentukan ikatan pada HA-Zn saat menjadi komposit. Perbandingan grafik hasil uji XRD kelima sampel ditunjukkan pada gambar 4.5.



**Gambar 4. 5** Perbandingan grafik hasil uji XRD untuk kelima sampel uji.

Pada gambar 4.5, dapat dilihat bahwa terdapat puncak-puncak teridentifikasi milik HA-Zn dan Kitosan. Penambahan Kitosan terhadap HA-Zn juga terlihat memberikan pengaruh terhadap puncak sehingga intensitas puncak menjadi menurun dan 2 theta puncak bergeser.

Saat menjadi komposit, telah teridentifikasi puncak-puncak milik Kitosan. Puncak-puncak tersebut bergeser dari yang sebelumnya berada pada  $2\theta$   $10,7^{\circ}$  dengan intensitas 423 dan  $20,09^{\circ}$  dengan intensitas 607 menjadi  $11,5759^{\circ}$  (173) dan  $19,2798^{\circ}$  (171) saat ditambahkan 10% Kitosan. Puncak tersebut kembali bergeser dan semakin memiliki intensitas yang rendah saat ditambahkan Kitosan sebanyak 15% dan 20%. Yakni masing-masing  $11,5758^{\circ}$  (153) dan  $19,3636^{\circ}$  (161) untuk 15% Kitosan dan  $11,4756^{\circ}$  (144) dan  $19,1127^{\circ}$  (111).

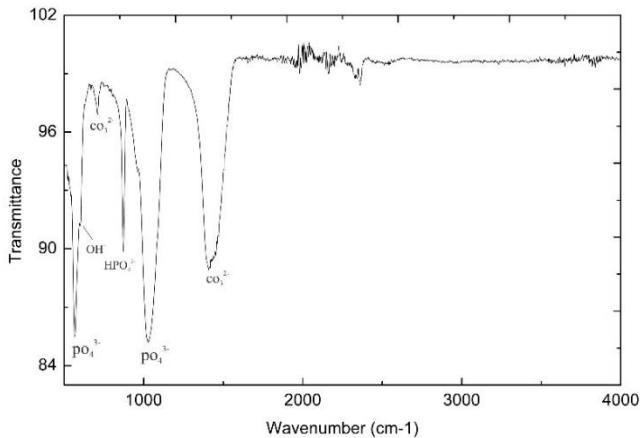
Lebih lanjut, pada komposit 10%K/HA-Zn terdapat puncak-puncak HA-Zn yang sebelumnya pada  $2\theta$   $17,8024^{\circ}$  milik Parascorzite bergeser menjadi  $2\theta$   $17,1407^{\circ}$ . kemudian puncak pada HA-Zn yang berada pada  $2\theta$   $29,2218^{\circ}$  bergeser menjadi  $2\theta$   $29,3232^{\circ}$  milik Hidrosiapatit ; puncak pada  $2\theta$   $31,5281^{\circ}$  bergeser menjadi  $2\theta$   $29,8910^{\circ}$  milik b-Kalsium Pospat ; puncak pada  $2\theta$   $32,0721^{\circ}$  bergeser menjadi  $2\theta$   $32,1475^{\circ}$  milik Hidroksiapatit ; puncak pada  $2\theta$   $33,8862^{\circ}$  bergeser menjadi  $2\theta$   $33,2671^{\circ}$  milik Hidroksiapatit ; puncak pada  $2\theta$   $34,5513^{\circ}$  bergeser menjadi  $2\theta$   $34,6876^{\circ}$  milik Hidroksiapatit ; puncak pada  $2\theta$   $36,0161^{\circ}$  bergeser menjadi  $2\theta$   $36,4756^{\circ}$  milik Parascorzite; puncak pada  $2\theta$   $46,9544^{\circ}$  bergeser menjadi  $2\theta$   $47,0873^{\circ}$  milik Hidroksiapatit ;  $2\theta$   $47,4072^{\circ}$  bergeser menjadi  $2\theta$   $47,5077^{\circ}$  milik Parascorzite ; puncak pada  $2\theta$   $50,6852^{\circ}$  bergeser menjadi  $2\theta$   $51,4824^{\circ}$  milik Hidrosiapatit; puncak pada  $2\theta$   $54,1668^{\circ}$  bergeser menjadi  $2\theta$   $53,3039^{\circ}$  ; puncak pada  $2\theta$   $56,3178^{\circ}$  bergeser menjadi  $2\theta$   $56,6628^{\circ}$  ; puncak pada  $2\theta$   $62,7706^{\circ}$  bergeser menjadi  $2\theta$   $63,1301^{\circ}$  milik Parascorzite. Selain itu, terdapat puncak baru pada  $2\theta$   $9,0859^{\circ}$  milik Hidrosiapatit;  $2\theta$   $22,7724^{\circ}$  ;  $25,2791^{\circ}$  dan  $2\theta$   $26,8669^{\circ}$  milik Parascorzite. Puncak-puncak tersebut mengalami penurunan intensitas seiring banyaknya jumlah Kitosan yang ditambahkan dalam campuran.

(Istifarah, 2012) (Nikhpour, 2012 )menjelaskan, pergeseran puncak mengindikasikan terjadinya ikatan antara HA-Zn dan Kitosan saat dikompositkan. Dalam hal ini, puncak pada daerah sekitar  $20\ 32^0$  terlihat semakin landai seiring dengan peningkatan jumlah Kitosan yang ditambahkan. (Nikhpour, 2012 ) menjelaskan, hal tersebut kemungkinan terjadi akibat interaksi molekul Hidroksiapatit dan Kitosan.

### **4.3 Analisis Data FTIR**

#### **4.3.1 FTIR HA-Zn**

Serbuk HA-Zn dikarakterisasi dengan FTIR *thermo scientific* pada *wavelength*  $500 - 4000\text{ cm}^{-1}$  guna menganalisa gugus ikatan. Gambar 4.6 merupakan grafik hasil pengujian FTIR serbuk HA yang didoping dengan Zn. Dari data tersebut, terlihat spektra IR mencatat adanya vibrasi gugus fosfat ( $\text{PO}_4^{3-}$ ) di pita serapan pada  $1029.08\text{ cm}^{-1}$  serta bengkokan di  $566\text{ cm}^{-1}$ . Disamping adanya fosfat, ikatan karbonat juga terdeteksi pada sampel pada pita serapan di  $711.18\text{ cm}^{-1}$  dan  $1408.77\text{ cm}^{-1}$ . Pita serapan pada  $871.84\text{ cm}^{-1}$  merupakan gugus ikatan hidrogen pospat ( $\text{HPO}_4^{2-}$ ). Sedangkan untuk gugus ikatan hidroksil ( $\text{OH}^-$ )terdapat pada pita serapan di  $602.79\text{ cm}^{-1}$  (Novi 2016).

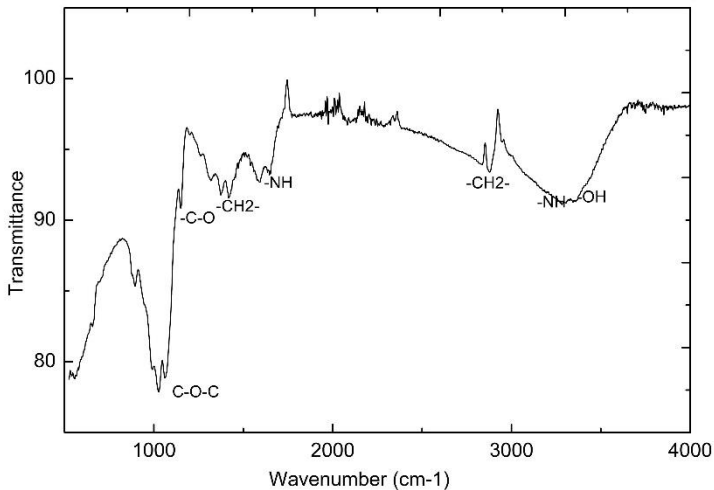


**Gambar 4. 6** Grafik hasil Uji FTIR HA-Zn 15% mol (Novi 2016).

Meski demikian, pada hasil uji FTIR ini tidak ditemukan peak pada pita serapan di  $3450-3600\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan pita serapan untuk kelompok gugus ikatan  $\text{OH}^-$ . Dalam penelitiannya, Maldovan (2015) menyatakan bahwa ion karbonat dapat menggantikan ion hidroksil pada struktur HA (tipe A), tipe B bila menggantikan ion fosfat, dan bila keduanya disebut tipe AB. HA dengan kandungan karbonat biasa disebut dengan carbonated HA. (CHA).

#### 4.3.2 Kitosan

Serbuk Kitosan dikarakterisasi dengan FTIR *thermo scientific* pada *wavelength*  $500 - 4000\text{ cm}^{-1}$  guna menganalisa gugus ikatan dan menghitung derajat deasetilasi. Gambar 4.7 merupakan grafik hasil pengujian FTIR serbuk Kitosan.

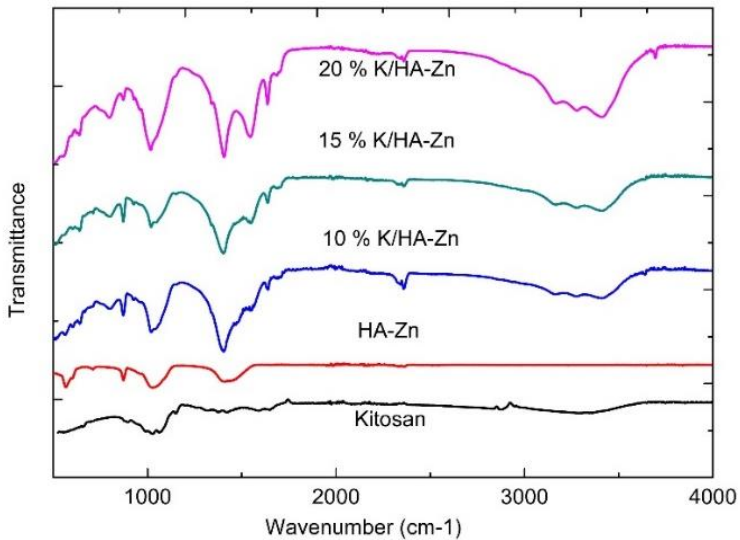


**Gambar 4. 7** Grafik hasil Uji FTIR Kitosan (Novi 2016).

Penelitian (Zhang 2012) menyebutkan bahwa kitin dan kitosan mempunyai 3 serapan karakteristik yakni vibrasi grup –NH<sub>2</sub>, –CO, dan –COCH<sub>3</sub>. Pada gambar tersebut, spektra IR Kitosan menunjukkan serapan kuat pada daerah 3360,42 cm<sup>-1</sup> yang berasal dari vibrasi ulur –OH. Pita serapan pada daerah 2879,08 cm<sup>-1</sup> dan 2834,89 cm<sup>-1</sup> menunjukkan vibrasi ulur –CH<sub>2</sub>-. Serapan pada 3282,27 cm<sup>-1</sup> cm<sup>-1</sup>, 1641,16 cm<sup>-1</sup> dan 1590,48 cm<sup>-1</sup> berasal dari vibrasi tekuk N-H yang mengindikasikan adanya gugus N-Asetil terkonjugasi (amida I dan amida II). Serapan pada 1418,38 cm<sup>-1</sup> dan 1373,90 cm<sup>-1</sup> akibat vibrasi ulur C-H. Sedangkan pita serapan pada 1149,99 cm<sup>-1</sup> berasal dari vibrasi –C-O. Pita serapan pada 1061,14 cm<sup>-1</sup> dan 1026,16 cm<sup>-1</sup> merupakan vibrasi ulur simetris C-O-C dan 894,60 cm<sup>-1</sup> merupakan pita serapan dari cincin glukosamin (Novi. 2016).

#### 4.3.3 FTIR Komposit Kitosan/HA-Zn

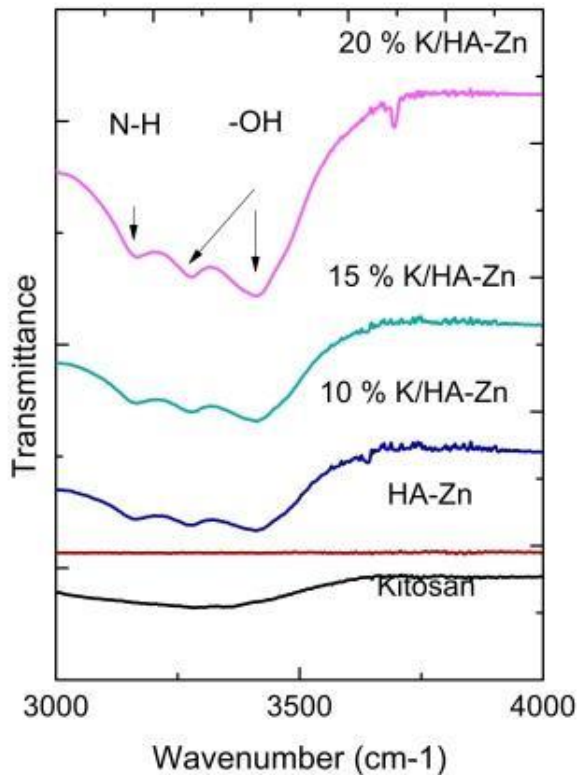
Pengujian FTIR pada HA-Zn yang telah dikompositkan dengan Kitosan dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui kemungkinan terjadinya perubahan atau pembentukan ikatan pada HA-Zn saat menjadi komposit. Perbandingan grafik hasil uji FTIR ditunjukkan pada gambar 4.8.



**Gambar 4. 8** Grafik perbandingan hasil Uji FTIR HA-Zn 15% mol, dan komposit (Novi 2016).

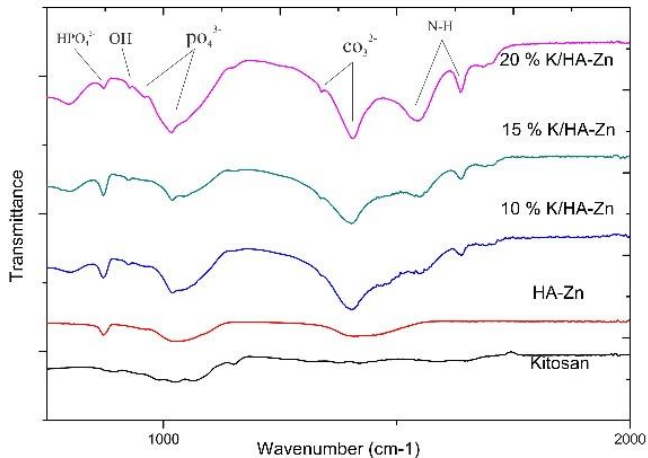
Dari gambar di atas, dapat dilihat bahwa penambahan Kitosan terhadap HA-Zn memperlebar puncak. Puncak-puncak yang teridentifikasi menandakan adanya puncak-puncak milik Kitosan dan HA-Zn. Hal ini dapat diamati lebih detail pada gambar 4.9 dan 4.10.





**Gambar 4. 9** Grafik perbandingan hasil Uji FTIR keempat sampel uji pada wavenumber  $3000\text{ cm}^{-1} - 4000\text{ cm}^{-1}$ .

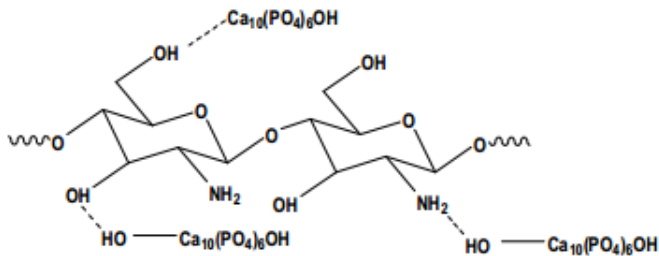
Pada gambar 4.9 spektra IR mencatat adanya serapan gelombang sekitar  $3400\text{ cm}^{-1}$ ,  $3200\text{ cm}^{-1}$  yang lebar akibat super posisi vibrasi ulur gugus OH<sup>-</sup> miliki Kitosan dan HA-Zn pada ketiga sampel komposit Kitosan/HA-Zn. Selain kedua peak tersebut, spectra IR juga mencatat adanya vibrasi tekuk N-H pada daerah sekitar  $3100\text{ cm}^{-1}$  dan  $1600\text{ cm}^{-1}$  miliki Kitosan.



**Gambar 4. 10** Grafik perbandingan hasil Uji FTIR pada keempat sampel uji pada wavenumber  $500\text{ cm}^{-1} - 2000\text{ cm}^{-1}$ .

Selain itu, pada gambar 4.10 dapat dilihat bahwa spectra IR juga mencatat adanya serapan gelombang sekitar  $1500\text{ cm}^{-1}$ – $1000\text{ cm}^{-1}$ ,  $800\text{ cm}^{-1}$  dan  $600\text{ cm}^{-1}$  milik gugus  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  $\text{HPO}_4^{2-}$  dan  $\text{OH}^-$  yang mengindikasikan adanya senyawa HA-Zn pada ketiga sampel komposit. Namun, puncak serapan Hidroksiapatit pada daerah ini sebelumnya memiliki puncak yang tajam dengan intensitas yang tinggi, yakni 88,931 untuk gugus karbonat, 85,190 untuk gugus pospat dan 89,869 untuk gugus hidrogen pospat. 80 hingga 90. Namun puncak-puncak tersebut cenderung melebar serta mengalami penurunan intensitas saat dikompositkan dengan 10% Kitosan, yakni 81,357; 59,693; 70,54 untuk gugus karbonat, pospat dan hidrogen pospat. Kemudian intensitas pada puncak tersebut kembali turun saat ditambahkan 15% Kitosan menjadi 50,150 untuk gugus karbonat, 67,088 untuk gugus pospat dan 70,454 untuk gugus hidrogen pospat. Begitu juga saat HA-Zn ditambahkan 20% Kitosan, intensitas puncak-puncak tersebut kembali turun menjadi 29,573 untuk gugus karbonat, 33,978 untuk gugus pospat dan 66,094 untuk gugus hidrogen pospat. (Xianmiao

2009) (Warastuti 2012) dalam penelitiannya menyebutkan bahwa penurunan intensitas dan pelebaran puncak tersebut mengindikasikan adanya interaksi antara unsur penyusun komposit, seperti ikatan hydrogen antara Kitosan dan Hidroksiapatit yang ditampilkan pada gambar 4.11. Hal ini juga mendukung analisis hasil uji XRD.

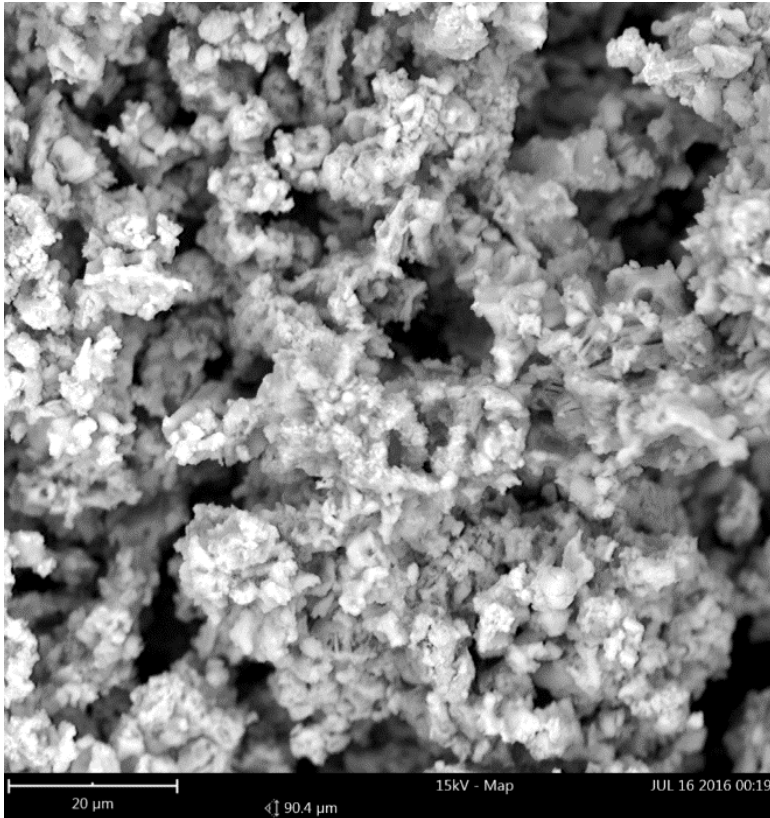


**Gambar 4. 11** Ikatan hydrogen antara Kitosan dan Hidroksiapatit (Xianmao. 2009 dan Warastuti. 2014).

## 4.4 SEM

### 4.4.1 SEM-EDX HA-Zn

Pengujian SEM-EDX dilakukan untuk menganalisis morfologi permukaan dan analisis elemen unsur dari serbuk HA-Zn. Gambar 4.12 menunjukkan morfologi bentuk partikel HA-Zn.



**Gambar 4. 12** SEM Serbuk HA didoping Zn dengan perbesaran 7000 kali.

Pada gambar 4.12, terlihat bahwa partikel HA-Zn memiliki bentuk morfologi seperti batu karang. Selain itu, analisis elemen unsur yang dilakukan pada HA-Zn menunjukkan adanya unsur Ca, P, O dan Zn sebagai ion doping. Hasil perbandingan rasio Ca/P setelah dihitung adalah sebesar 1,81. Dimana nilai itu lebih besar dari pada Ca/P Hidroksiapatit yakni 1,67. Hal ini kemungkinan dapat terjadi akibat adanya gugus karbonat yang menggantikan

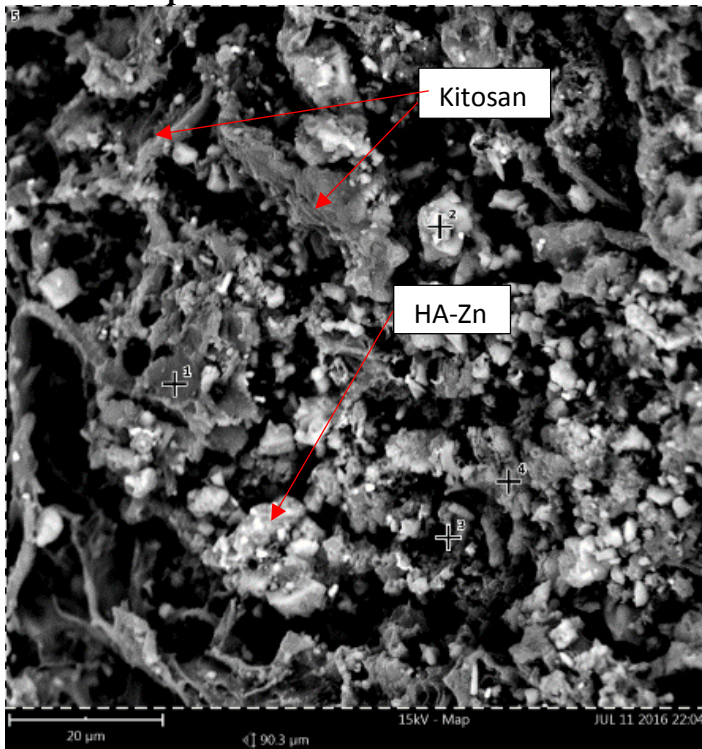
gugus pospat dalamstruktur Hidroksiapatit. Meskipun dalam proses sintesisnya tidak terdapat bahan yang memiliki gugus karbonat, gugus karbonat dapat terbentuk di dalam apatit karena adanya atmosfer (Kong 2005). Banyaknya konsentrasi elemen unsur yang terdeteksi saat dilakukan analisis EDX dapat dilihat pada tabel 4.1.

**Tabel 4. 1** Konsentrasi Elemen Unsur HA-Zn Hasil Uji EDX.

Elemen Unsur	% wt
Ca	21,2
P	11,7
O	64,5
Zn	2,6

Dari hasil pengujian yang telah dilakukan, dapat ditarik kesimpulan bahwa sintesis Hidroksiapatit yang didoping dengan ion seng sebanyak 15% mol telah berhasil dilakukan. Proses sintesis ini menghasilkan tiga senyawa yang kemudian disebut sebagai Bifasik Kalsium Pospat. Ketiga fasa yang teridentifikasi tersebut yakni Hidroksiapatit,  $\beta$ -Kalsium Pospat dan Parascholzite. Hasil uji SEM EDX menunjukkan bahwa sampel memiliki rasio Ca/P sebesar 1,81.

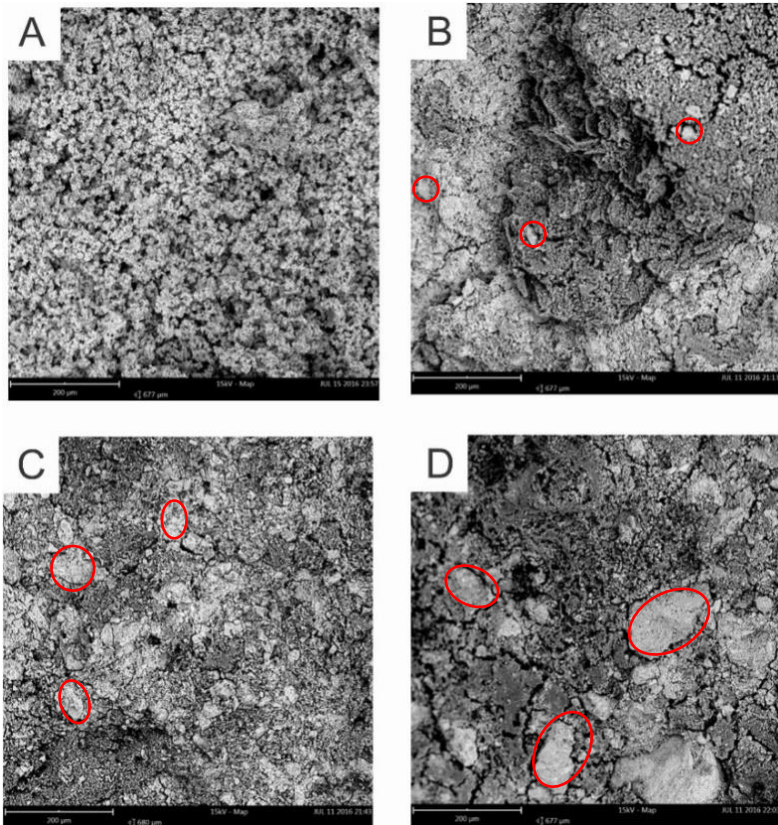
#### 4.4.2 SEM Komposit



**Gambar 4. 13** Morfologi patahan komposit 20%K/HA-Zn dengan perbesaran 3000x.

Pengujian SEM dilakukan untuk menganalisis morfologi permukaan dan interaksi antara Kitosan dengan partikel HA-Zn saat dikompositkan. Pada gambar 4.13 dapat dilihat bahwa terdapat senyawa Kitosan yang ditandai dengan adanya serat yang menghubungkan partikel HA-Zn satu dengan yang lainnya. Dalam komposit Kitosan-HA, partikel HA akan bertindak sebagai pengisi yang tersebar secara merata saat jumlah kitosan pada komposit

tersebut tinggi. Namun, seiring dengan penurunan jumlah Kitosan, fasa Kitosan tidak cukup menyelubungi partikel HA dan cenderung hanya bertindak sebagai perekat butir satu dengan butir yang lain (Li 2005).



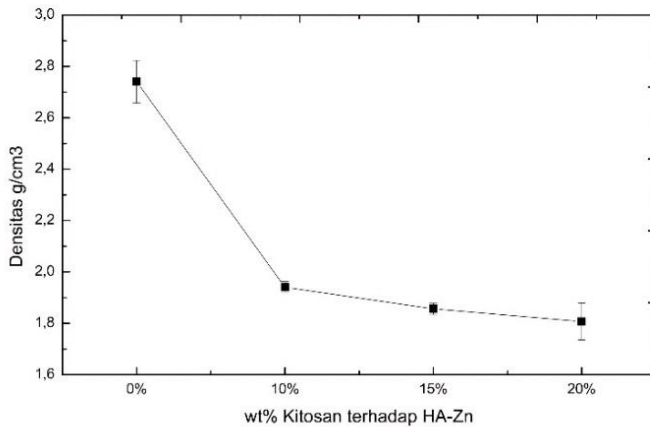
**Gambar 4. 14** Hasil Uji SEM Pada (A) HA-Zn serbuk, (B) 10%K/HA-Zn, (C) 10% K/HA-Zn dan (D) 20%K/HA-Zn Dengan Perbesaran 400 kali.

Gambar 4.14 merupakan hasil analisis morfologi pada permukaan patahan sampel B, C dan D yang sebelumnya dikompaksi. Pada gambar tersebut, terlihat bahwa Kitosan mampu mengikat partikel-partikel HA-Zn. Gambar 4.14 (B) menunjukkan adanya partikel-partikel HA-Zn yang teraglomerasi dan tersebar secara merata dengan bentuk yang relatif kecil. Bentuk ini terlihat semakin besar pada gambar 4.14 (C) dan 4.14 (D). Dari data tersebut, dapat ditarik kesimpulan bahwa semakin banyak jumlah Kitosan yang ditambahkan, maka semakin tinggi pula kemampuan Kitosan untuk mengikat partikel HA-Zn. Namun pada gambar tersebut, persebaran dan besarnya partikel yang terikat terlihat tidak homogen.

#### **4.5 Analisis Data Uji Densitas**

Tulang adalah jaringan yang heterogen karena komponen dasar dirakit dengan cara yang berbeda, yang penentu struktural utama adalah jenis tulang, usia, beban, dan aktivitas metabolik. Tipe tulang pada dasarnya tergantung pada kepadatan (Densitas) struktur, yang berkisar dari daerah yang sangat kompak dalam tulang kortikal menuju daerah seperti busa di tulang kancellus (Yuehuei 2000). Pengujian densitas dilakukan untuk mengetahui berat jenis dan kepadatan sampel uji. Pengujian ini dilakukan sesuai dengan DIN 2738. Gambar 4.15 menunjukkan pengaruh penambahan Kitosan terhadap nilai komposit Kitosan/HA-Zn.





**Gambar 4. 15** Grafik nilai densitas seluruh sampel uji dalam  $\text{g/cm}^3$

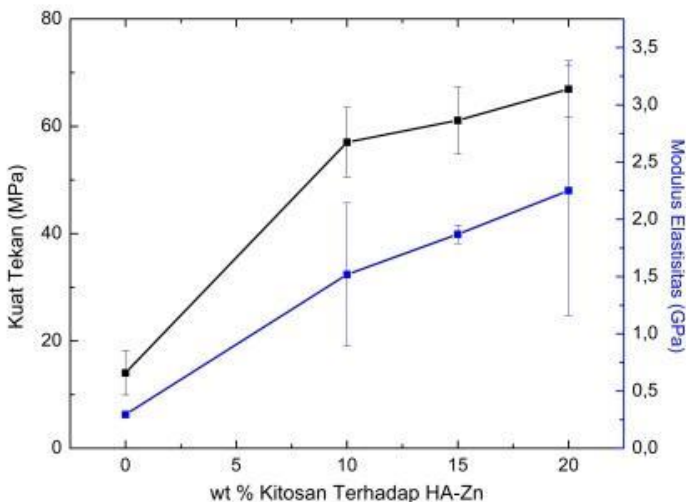
Pada gambar 4.15 terlihat bahwa Hidroksiapatit yang didoping dengan Seng memiliki nilai densitas tertinggi yakni sebesar  $2,74 \text{ g/cm}^3$ . Ketika ditambahkan kitosan sebanyak 10% dan 15% berat, nilai densitas komposit turun menjadi  $1,94 \text{ gr/cm}^3$  dan  $1,86 \text{ gr/cm}^3$ . Begitu juga dengan penambahan Kitosan sebanyak 20% berat pada HA-Zn. Pada komposisi ini, nilai densitas sebesar  $1,85 \text{ gr/cm}^3$ . Dari data tersebut, dapat diketahui bahwa penambahan Kitosan terhadap HA-Zn akan menurunkan nilai densitas komposit. Hal ini disebabkan Kitosan yang merupakan polimer memiliki berat jenis yang lebih rendah dari pada HA-Zn yang merupakan material keramik. Hal ini diperkuat dengan penelitian (Yildirim 2004) yang mengatakan bahwa penambahan Kitosan dapat menurunkan nilai densitas komposit Kitosan/HA-Zn.

Dalam bukunya, (Park 1992) menjelaskan kalsium pospat memiliki nilai densitas sebesar  $3.1 \text{ gr/cm}^3$ . Namunnilaidensitas ini mengalami penurunan saat ditambahkan ion dopingan Zn akibat perubahan struktur Kristal dan pergantian ion penyusun. Hal ini

diperkuat dengan penelitian (Adzila 2015) yang mengatakan bahwa semakin banyak jumlah ion dopingan semakin menurunkan nilai densitas Kalsium Pospat. Sedangkan untuk tulang, tulang merupakan material komposit yang terdiri dari apatit atau kalsium pospat dan biopolimer. Sehingga tulang mempunyai densitas yang lebih rendah yakni berkisar  $1.8 \text{ gr/cm}^3$  (Yuehuei 2000). Berdasarkan teori tersebut, dapat diketahui bahwa densitas ketiga sampel komposit berada dalam kisaran nilai densitas material tulang.

#### 4.6 Analisa Data Uji Kuat Tekan

Kekuatan tekan menyatakan tegangan yang dibutuhkan untuk menghancurkan material dalam pengujian tekan. Pengujian kuat tekan dilakukan untuk mengetahui kekuatan tekan sampel uji guna menunjang data sifat mekanik. Gambar 4.16 menunjukkan pengaruh penambahan Kitosan terhadap kuat tekan dan nilai modulus elastisitas untuk seluruh sampel uji.



**Gambar 4. 16** Grafik nilai kuat tekan untuk seluruh sampel uji.

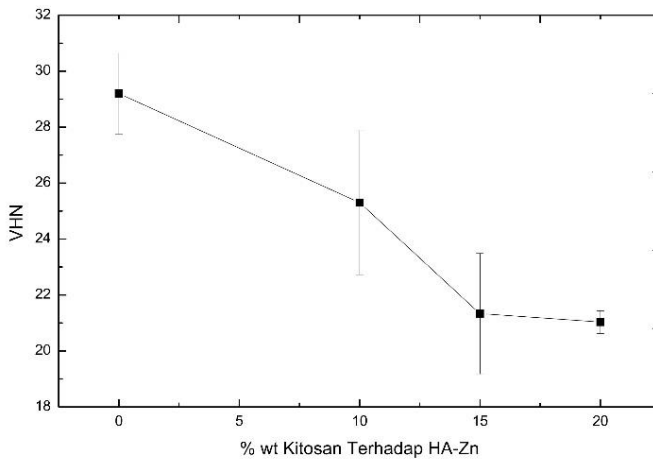
Dari hasil pengujian kekuatan tekan yang dilakukan, penambahan kitosan diketahui meningkatkan nilai kekuatan tekan komposit. Nilai kekuatan tekan meningkat dari 14,056 MPa untuk HA-Zn kompak menjadi 57,035 MPa pada 10% K/HA-Zn. Kemudian meningkat saat ditambahkan 15% berat kitosan menjadi 61,092 MPa dan kembali meningkat saat menjadi 66,939 MPa pada 20% K/HA-Zn.

Selain kekuatan tekan, pengujian ini juga menghasilkan data berupa modulus elastisitas keempat sampel. Modulus elastisitas menyatakan kekakuan suatu material yang merupakan perbandingan tegangan dengan regangan pada daerah elastis. Sama halnya dengan nilai kekuatan tekan, penambahan Kitosan juga diketahui dapat meningkatkan kekuatan HA-Zn. Nilai modulus elastisitas meningkat saat ditambahkan 10% Kitosan terhadap HA-Zn dari 0,295 GPa menjadi 0,152 GPa. Kemudian terjadi kenaikan pada 15% K/HA-Zn dan 20% K/HA-Zn masing-masing menjadi 0,187 GPa dan 2,251 GPa.

Berdasarkan standar kekuatan tekan pada Tabel 2.6, kekuatan tekan tulang kortikal adalah sebesar 137,8 MPa dan tulang *cancellous* sebesar 41,4 MPa. Sehingga, nilai kekuatan tekan untuk ketiga sampel komposit memiliki nilai kekuatan tekan dalam rentang nilai tekan tulang *cancellous*. Begitu juga untuk nilai modulus elastisitas, nilai modulus elastisitas untuk tulang kortikal adalah berkisar 7-30 GPa, sedangkan untuk nilai modulus elastisitas tulang *cancellous* adalah berkisar 10 - 1500 MPa (Yuehuei 2000). Sehingga nilai komposit 10% K/HA-Zn memenuhi standar nilai kekuatan tekan dan modulus elastisitas untuk tulang *cancellous*.

#### **4.7 Analisa Data Uji Kekerasan**

Pengujian kekerasan dilakukan untuk mengetahui nilai kekerasan material pada bagian penampang sampel uji. Gambar 4.17 di bawah ini menunjukkan pengaruh penambahan Kitosan terhadap nilai kekerasan yang didapatkan dari pengujian.



**Gambar 4. 17** Grafik nilai kekerasan seluruh sampel uji dalam VHN.

Dari hasil pengujian kekerasan yang dilakukan terhadap seluruh sampel uji, didapatkan nilai kekerasan tertinggi untuk sampel uji adalah HA-Zn sebesar 29,2 VHN. Sedangkan, untuk sampel dengan nilai kekerasan terendah yakni sebesar 20,6 VHN adalah 20%K/HA-Zn.

Dari gambar tersebut, dapat ditarik kesimpulan bahwa nilai kekerasan komposit menurun seiring dengan meningkatnya jumlah kitosan yang ditambahkan. Hal ini sesuai dengan teori bahwa penambahan kitosan menurunkan kekerasan permukaan material komposit. Sebab, kitosan merupakan polimer yang memiliki sifat mekanik jauh lebih rendah daripada HA yang merupakan material keramik.

## LAMPIRAN

- Hasil Pengujian Densitas

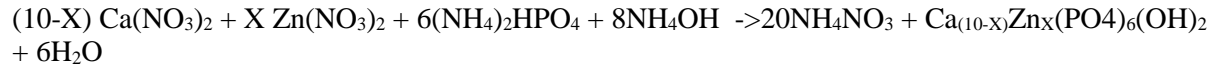
	M <sub>1</sub> (gr)	M <sub>2</sub> (gr)	$\rho$ (g/Cm <sup>3</sup> )
HA-Zn Kompak	2,3038	0,816	2,823284314
	2,5056	0,9139	2,741656636
	2,4545	0,9237	2,657248024
10%	2,2867	1,1708	1,953108985
	1,6444	0,842	1,952969121
	2,4184	1,2626	1,915412641
15%	2,2893	1,24787	1,834566101
	1,132	0,6029	1,87759164
	2,446	1,3171	1,857110318
20%	2,2774	1,2364	1,841960531
	2,3923	1,2896	1,85507134
	1,3374	0,7754	1,724787207

- **Hasil Pengujian Kekerasan**

	HVN	HVN rata2
HA-Zn	28,8	29,2
	28	
	30,8	
10%	24,4	25,3
	28,2	
	23,3	
15%	23,5	21,3
	19,2	
	21,3	
20%	21,1	20,6
	20,6	
	21,4	

- **Perhitungan Stokiometri Proses Sintesis HA-Zn**

Persamaan reaksi kimia :



Mula	0,0423	0,0038	0,02533	0,0733	-	-	-
Reaksi	0,0423	0,0038	0,02533	0,0338	0,0846	0,00423	0,02533
Sisa	0	0	0	0,0395	0,0846	0,00423	0,02533

Misal diketahui massa  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} = 10 \text{ gram}$

- $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

$$n = \frac{gr}{mr} = \frac{10}{236,15} = 0,0423 \text{ mol}$$

- $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$

$$n = \frac{1}{1,67} \times 0,0423 = 0,02533$$

$$\text{Massa} = \text{mol} \times \text{Mr} = 0,02533 \times 132,06 = 3,345 \text{ gram}$$

- $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

$$X = 15\% \text{ mol}$$

$$n = \frac{0,15}{1,67} \times 0,0423 = 0,0038$$

$$\text{massa} = \text{mol} \times \text{Mr} = 0,0038 \times 297,46 = 1,13 \text{ gram}$$

- Larutan amoniak

Vol = 38,46 ml dengan konsentrasi 11%

$$M = \frac{\rho}{Mr} \times 100\% = \frac{898,9 L}{35,06} \times 0,11 = 2,8175$$

$$n = M/V = 2,8175/38,46 = 0,07315 \text{ mol}$$

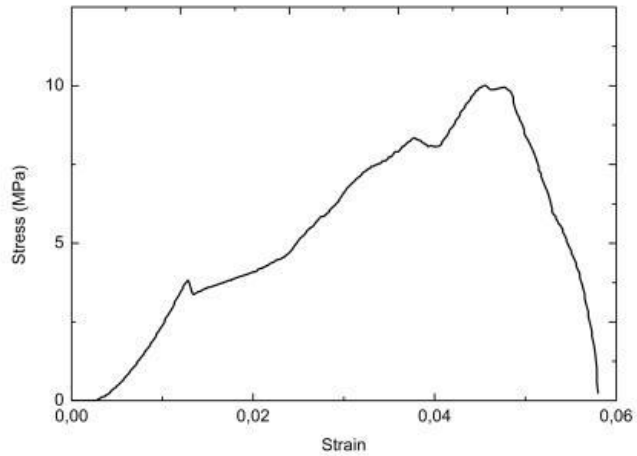


• Hasil pengujian Tekan

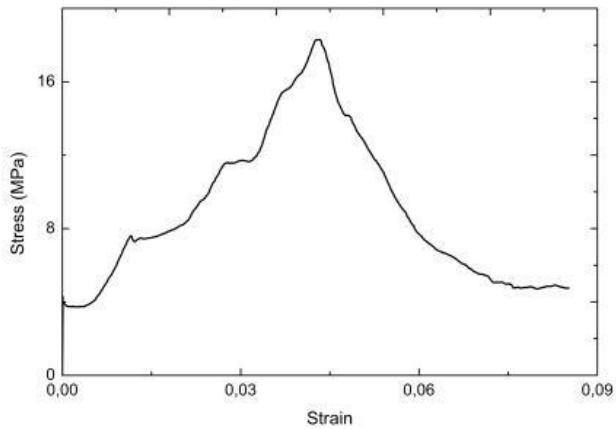
Sampe l	d (mm)	t (mm)	Max Force (kgf)	Max Disp (mm)	Su (Mpa)	Rata-rata (Mpa)	E (Mpa)	Rata-rata (Mpa)
HA-Zn	15	15	180299	0,684	10,00553	14,0562966 7	292,7088	350,2601
	15	15	329432	0,864	18,28156		423,3997	
	15	15	250,14 9	0,83	13,8818		334,6718	
10%	10	20	472639	1,442	59,01465	57,0344933 3	938,4786	899,2938
	10	20	398996	1,772	49,81945		644,7108	
	10	20	498,70 5	1,281	62,26938		1114,692	
15%	10	20	521,01 1	1,424	65,05457	61,0916366 7	1047,604	1077,98286 7
	10	20	514,63 8	1,23	64,25886		1198	
	10	20	432168	1,252	53,96148		988,3446	
20%	10	20	491408	1,562	61,35825	66,93928	900,7853	1021,83476 7
	10	20	575,18 4	1,496	71,81871		1100,868	

	10	20	541,72 4	1,458	67,64088		1063,851	
--	----	----	-------------	-------	----------	--	----------	--

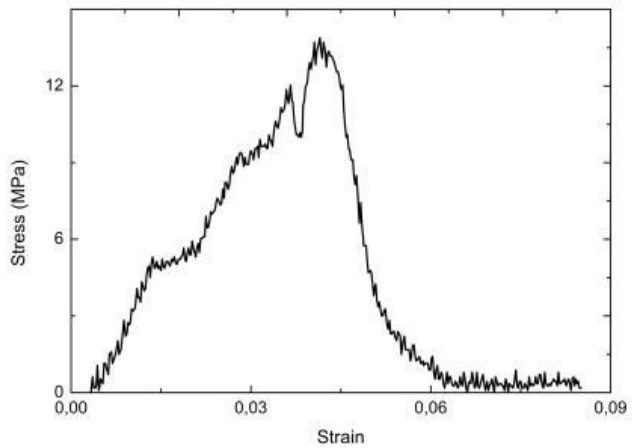
- **Grafik Stress-Strain**



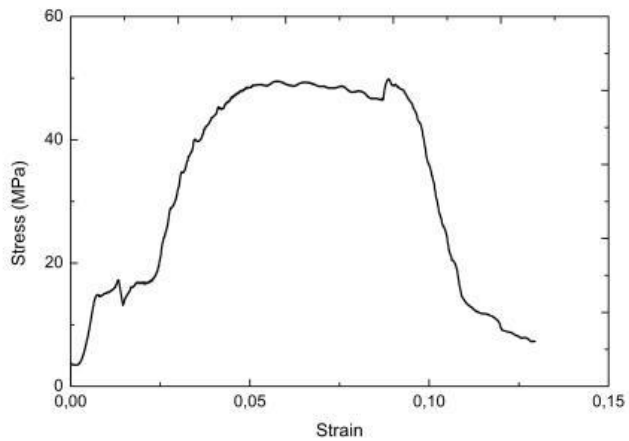
**Gambar 1.** Grafik stress-strain uji tekan sampel HA-Zn.1



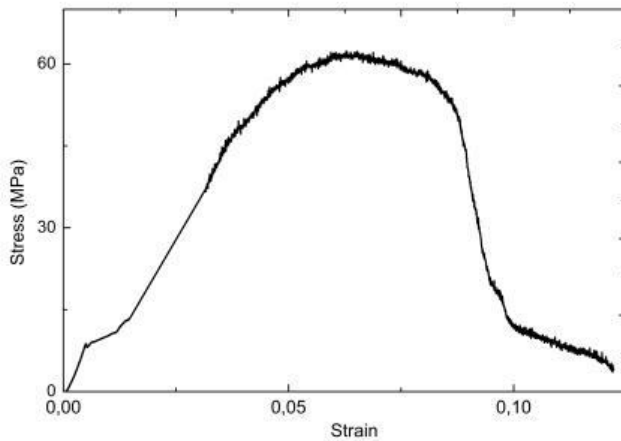
**Gambar 2.** Grafik stress-strain uji tekan sampel HA-Zn.2



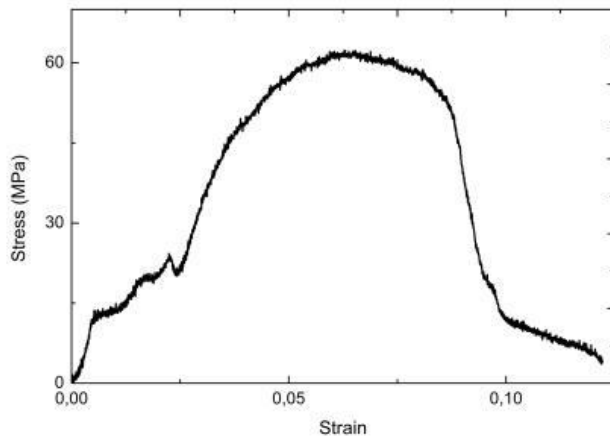
**Gambar 3.** Grafik stress-strain uji tekan sampel HA-Zn.3



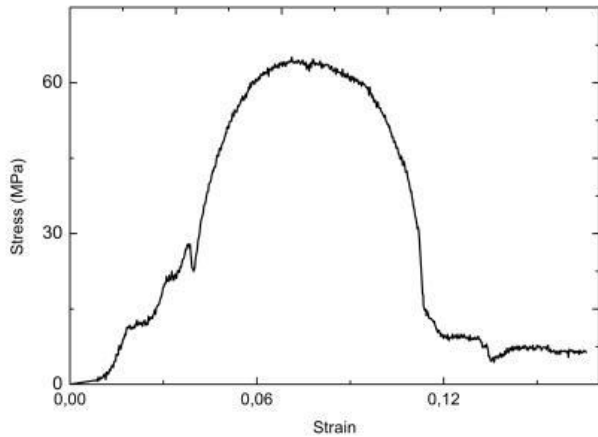
**Gambar 4.** Grafik stress-strain uji tekan sampel 10%K/HA-Zn.1



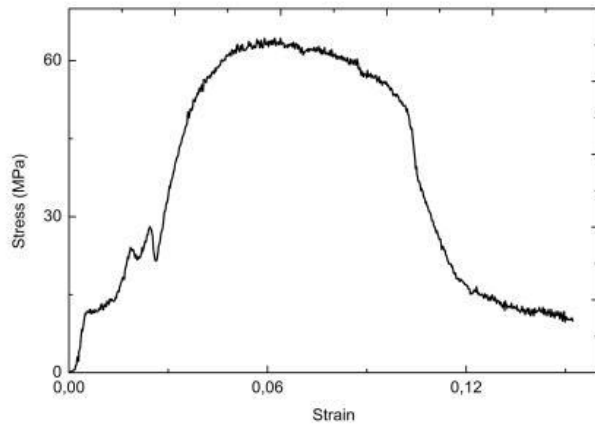
**Gambar 5.** Grafik stress-strain uji tekan sampel 10%K/HA-Zn.2



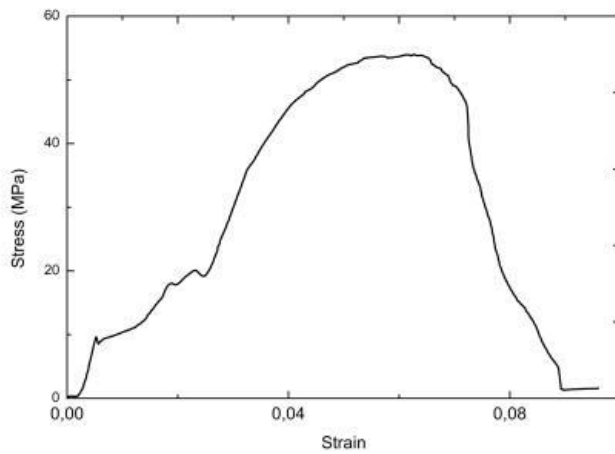
**Gambar 6.** Grafik stress-strain uji tekan sampel 10%K/HA-Zn.3



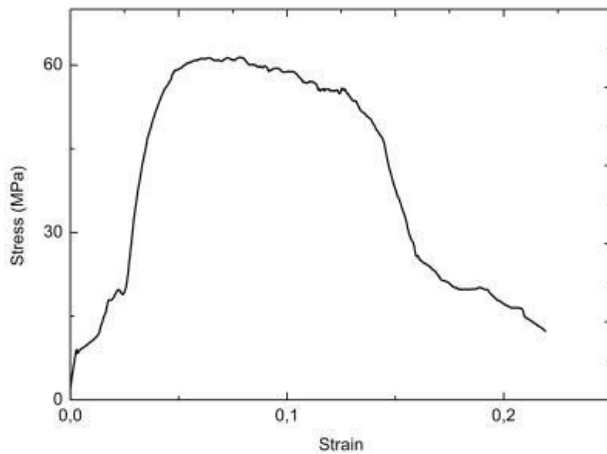
**Gambar 7.** Grafik stress-strain uji tekan sampel 15%K/HA-Zn.1



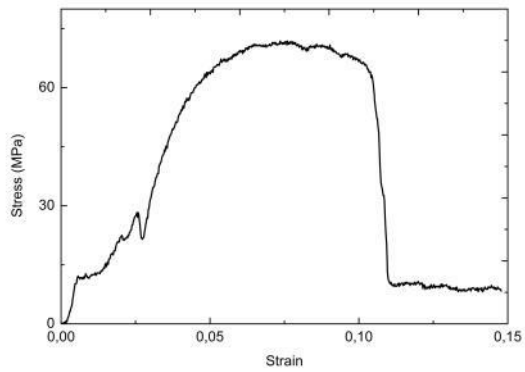
**Gambar 8.** Grafik stress-strain uji tekan sampel 15%K/HA-Zn.2



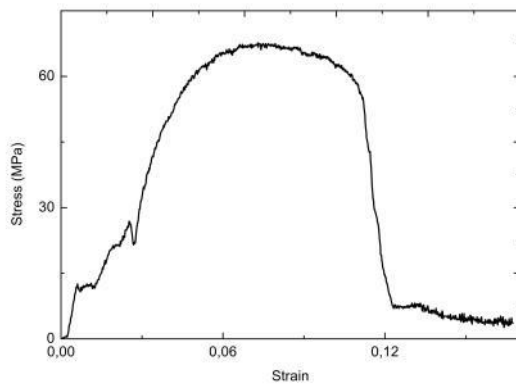
**Gambar 9.** Grafik stress-strain uji tekan sampel 15%K/HA-Zn.3



**Gambar 10.** Grafik stress-strain uji tekan sampel 20%K/HA-Zn.1



**Gambar 11.** Grafik stress-strain uji tekan sampel 20%K/HA-Zn.2



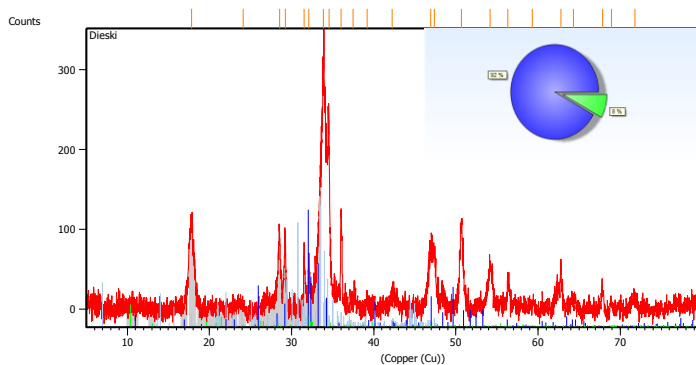
**Gambar 12.** Grafik stress-strain uji tekan sampel 20%K/HA-Zn.3



- **Analisis XRD**

**A. XRD HA-Zn**

***Main Graphics, Analyze View: (Bookmark 2)***



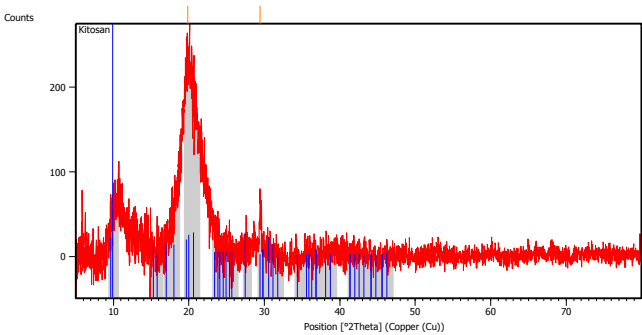
***Peak List: (Bookmark 3)***

	Height [cts]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
17.8024	107.55	0.5510	Pa 34.70
24.1210	10.19	0.7872	3.29
28.5120	88.73	0.1574	Ha 28.63
29.2218	82.41	0.1968	Ha 26.59
31.5281	78.27	0.1574	Bcp 25.25
32.0721	64.32	0.1181	Ha 20.75
33.8862	309.96	0.1968	Ha 100.00
34.5513	239.66	0.1181	Pa 77.32
36.0161	131.74	0.0984	Pa 42.50
37.5067	11.22	0.6298	3.62
39.1798	13.57	0.4723	4.38
42.2598	20.83	0.7872	6.72
46.9544	81.91	0.4723	Ha 26.43
47.4072	67.60	0.2362	Pa 21.81

50.6852	108.84	0.3149	Ha 35.12
54.1668	53.35	0.3936	Pa 17.21
56.3178	37.75	0.1968	Pa 12.18
59.2821	6.40	0.9446	2.07
62.7706	53.90	0.1181	Pa 17.39
64.3314	15.01	0.9446	4.84
67.8545	24.80	0.2362	8.00
68.9134	11.84	0.2362	3.82
71.7741	16.84	0.4723	5.43

**B. XRD Kitosan**

*Main Graphics, Analyze View:* (Bookmark 2)

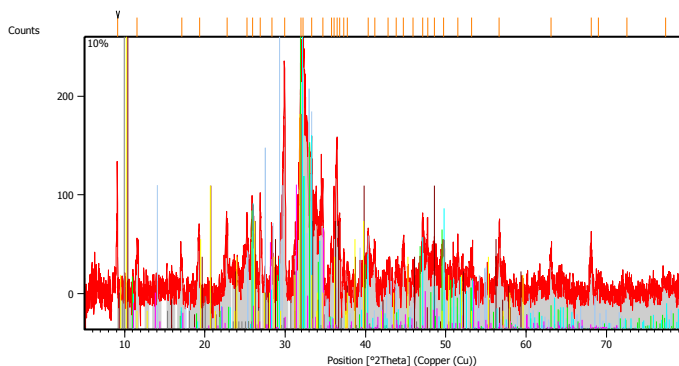


**Peak List:** (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Heig ht [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d- spacing [Å]	Rel. Int. [%]
19.8721	121.21	0.9368	4.46793	100.00
29.4552	62.45	0.1004	3.03251	51.53

### C. XRD 10%K/HA-Zn

*Main Graphics, Analyze View:* (Bookmark 2)



*Peak List:* (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d- spacing [Å]	Rel. Int. [%]
9.1016	92.96	0.0836	9.71656	33.25
11.5698	44.93	0.2676	7.64864	16.07
17.0964	35.43	0.2007	5.18655	12.68
19.3165	63.55	0.1004	4.59517	22.73
22.7823	65.51	0.2676	3.90336	23.43
25.2345	71.17	0.1338	3.52933	25.46
25.9091	82.59	0.3346	3.43895	29.55
26.8958	90.46	0.1338	3.31498	32.36
28.3507	70.84	0.1338	3.14809	25.34
29.9262	240.38	0.1171	2.98585	85.99
31.9338	269.47	0.1004	2.80257	96.40
32.2078	279.53	0.2676	2.77935	100.00
33.2750	171.44	0.1004	2.69262	61.33
34.7148	116.80	0.1338	2.58416	41.79
35.7831	69.84	0.3011	2.50943	24.98
36.0561	126.13	0.0502	2.49105	45.12

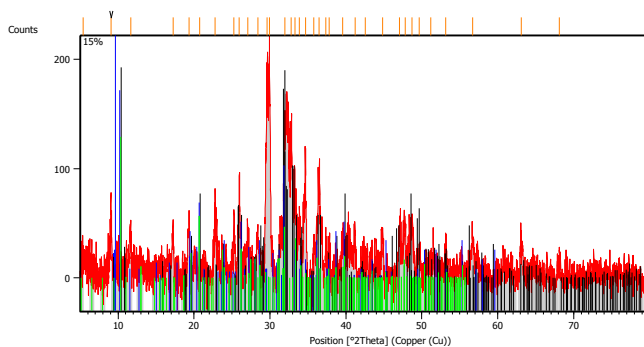
---

36.4354	184.14	0.1673	2.46599	65.87
36.8067	103.45	0.1338	2.44196	37.01
37.2773	66.82	0.1673	2.41220	23.90
37.7518	46.57	0.2007	2.38297	16.66
40.3500	71.89	0.2007	2.23532	25.72
41.1553	48.92	0.2342	2.19342	17.50
42.8138	35.59	0.4015	2.11222	12.73
43.8072	37.08	0.3346	2.06660	13.26
44.7209	57.93	0.2676	2.02648	20.72
45.9306	34.54	0.1673	1.97588	12.36
47.1394	80.76	0.2007	1.92799	28.89
47.7242	90.42	0.1004	1.90573	32.35
48.5778	60.51	0.4015	1.87422	21.65
49.7353	68.34	0.4015	1.83328	24.45
51.4969	64.15	0.2007	1.77463	22.95
53.1894	43.08	0.4015	1.72208	15.41
56.6542	56.26	0.2007	1.62472	20.12
63.0779	33.14	0.2676	1.47385	11.86
68.0849	40.02	0.3346	1.37715	14.32
68.9810	9.32	0.6691	1.36143	3.33
72.5649	6.96	0.8029	1.30277	2.49
77.3677	7.74	0.8029	1.23345	2.77

---

## D. XRD 15%K/HA-Zn

*Main Graphics, Analyze View:* (Bookmark 2)



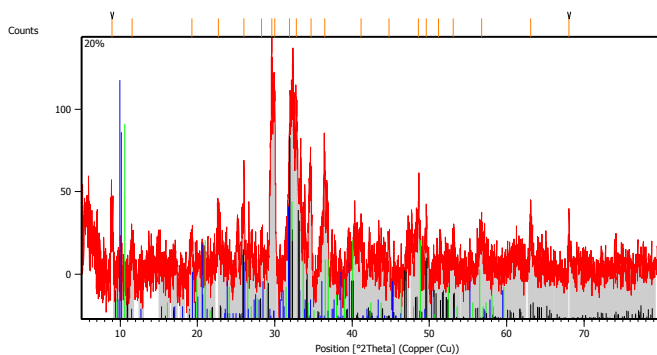
*Peak List:* (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM M Left [°2Th. ]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.4011	50.02	0.8029	16.36251	23.24
9.0745	66.15	0.1004	9.74544	30.73
11.6377	36.46	0.1338	7.60416	16.94
17.2654	36.93	0.2342	5.13618	17.16
19.3610	59.26	0.1004	4.58472	27.53
20.7137	28.62	0.1171	4.28827	13.30
22.7643	77.12	0.1004	3.90641	35.83
25.2672	64.75	0.1004	3.52483	30.08
25.9606	96.10	0.1004	3.43224	44.65
27.0631	49.97	0.2007	3.29487	23.22
28.3857	53.24	0.2676	3.14429	24.74
29.5931	215.24	0.2342	3.01869	100.00
29.9568	207.02	0.2007	2.98287	96.18
31.9625	176.03	0.2676	2.80012	81.79
32.8138	163.72	0.2007	2.72940	76.07

33.2901	116.09	0.2007	2.69142	53.93
33.8903	88.94	0.2007	2.64513	41.32
34.6643	146.54	0.1004	2.58782	68.08
35.7665	56.23	0.2007	2.51056	26.12
36.4410	109.93	0.3346	2.46562	51.07
37.3503	55.00	0.2007	2.40766	25.55
37.7995	43.97	0.2007	2.38007	20.43
39.5704	47.14	0.2676	2.27755	21.90
41.1999	50.93	0.1004	2.19115	23.66
42.5795	21.75	0.6691	2.12330	10.11
44.8278	50.50	0.2676	2.02189	23.46
47.0750	59.73	0.4015	1.93048	27.75
47.8208	62.00	0.2676	1.90210	28.81
48.7316	67.95	0.5353	1.86866	31.57
49.6243	44.48	0.4015	1.83712	20.66
51.2001	29.90	0.8029	1.78422	13.89
53.1541	35.61	0.2342	1.72315	16.55
56.7196	31.74	0.2676	1.62300	14.74
63.0754	31.14	0.2676	1.47390	14.47
68.0746	18.50	0.4015	1.37733	8.59

### E. XRD 20%K/HA-Zn

*Main Graphics, Analyze View:* (Bookmark 2)

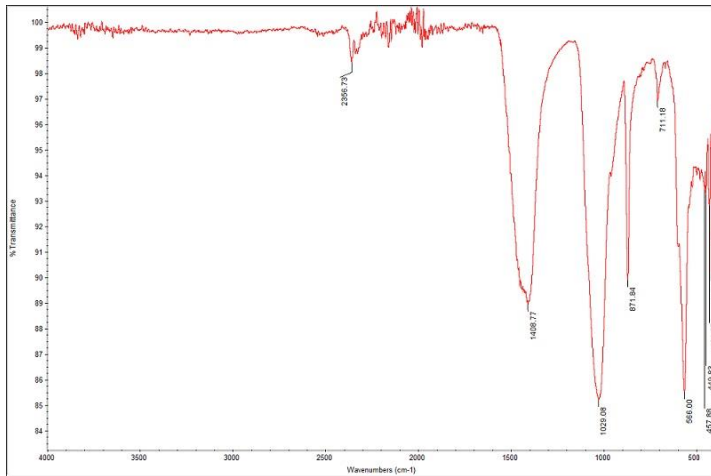


**Peak List:** (Bookmark 3)

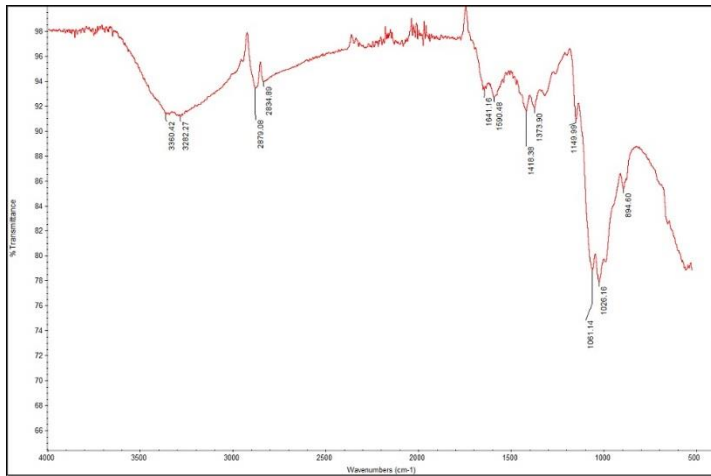
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWH M Left [°2Th. ]	d- spacing [Å]	Rel. Int. [%]
8.9534	25.53	0.3346	9.87705	17.83
11.5652	16.93	0.4015	7.65167	11.82
19.3031	19.92	0.2007	4.59834	13.91
22.7005	27.96	0.3346	3.91725	19.53
25.9735	39.17	0.2007	3.43057	27.36
28.2991	21.54	0.4015	3.15372	15.04
29.6065	143.19	0.1004	3.01736	100.00
29.9731	115.12	0.1673	2.98129	80.39
31.8963	99.66	0.2676	2.80578	69.59
32.8127	112.80	0.2007	2.72948	78.77
34.6892	72.05	0.2007	2.58602	50.32
36.4526	70.98	0.1673	2.46486	49.57
41.1376	18.37	0.4015	2.19433	12.83
44.7467	21.33	0.2007	2.02537	14.90
48.5603	39.66	0.4015	1.87485	27.70
49.5661	33.02	0.2007	1.83914	23.06
51.1464	10.83	0.8029	1.78597	7.56
53.0463	17.92	0.4015	1.72639	12.51
56.7735	27.14	0.4015	1.62159	18.95
63.1141	23.60	0.2007	1.47309	16.48
68.0325	22.23	0.2007	1.37808	15.53

- **Gambar Grafik Hasil Uji FTIR**

**A. HA-Zn**

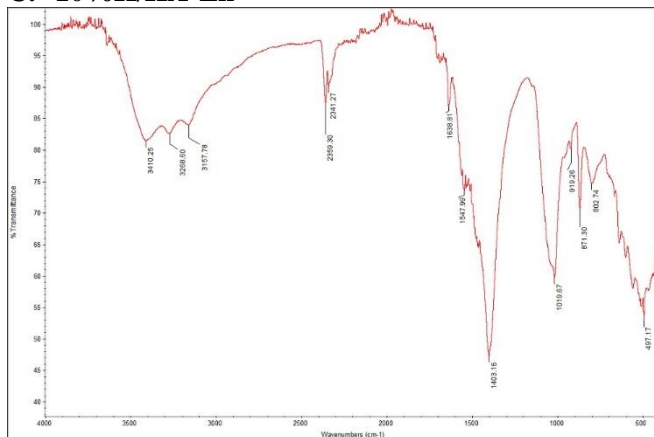


**B. Kitosan**

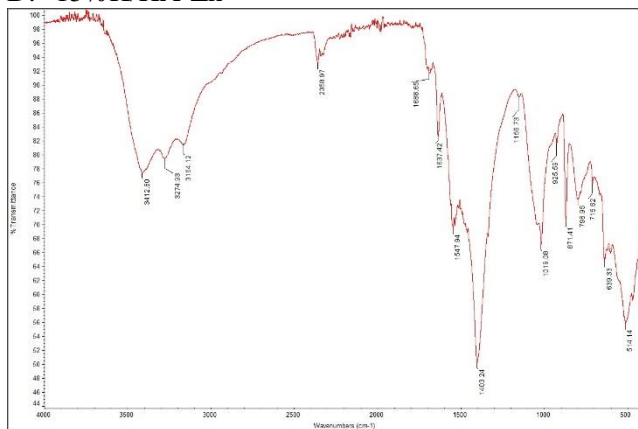




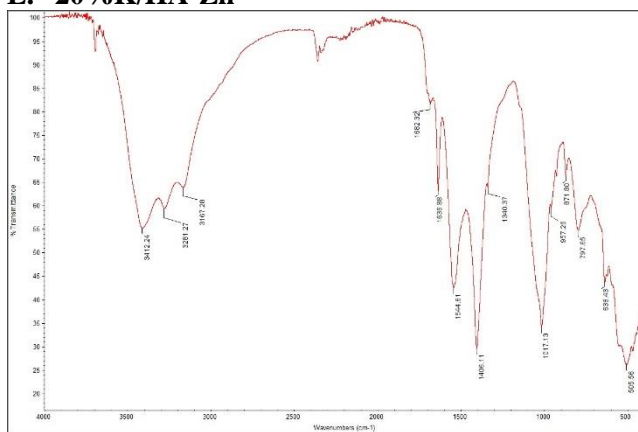
### C. 10%K/HA-Zn



### D. 15%K/HA-Zn

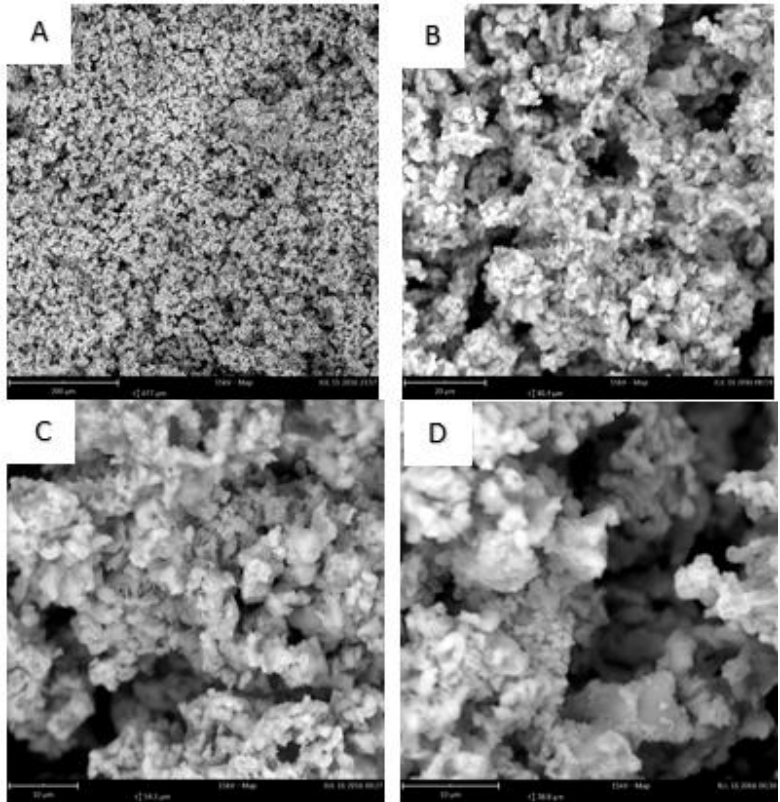


## E. 20%K/HA-Zn



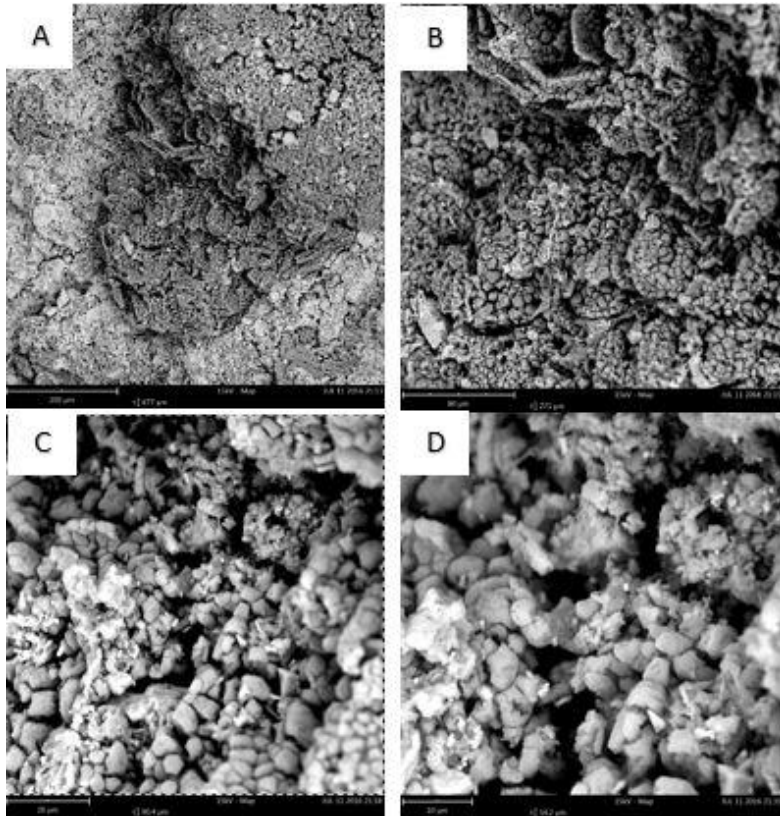
- **Gambar Morfologi Sampel UJI Dari SEM Dengan Perbesaran 5000 Kali**

A. HA-Zn



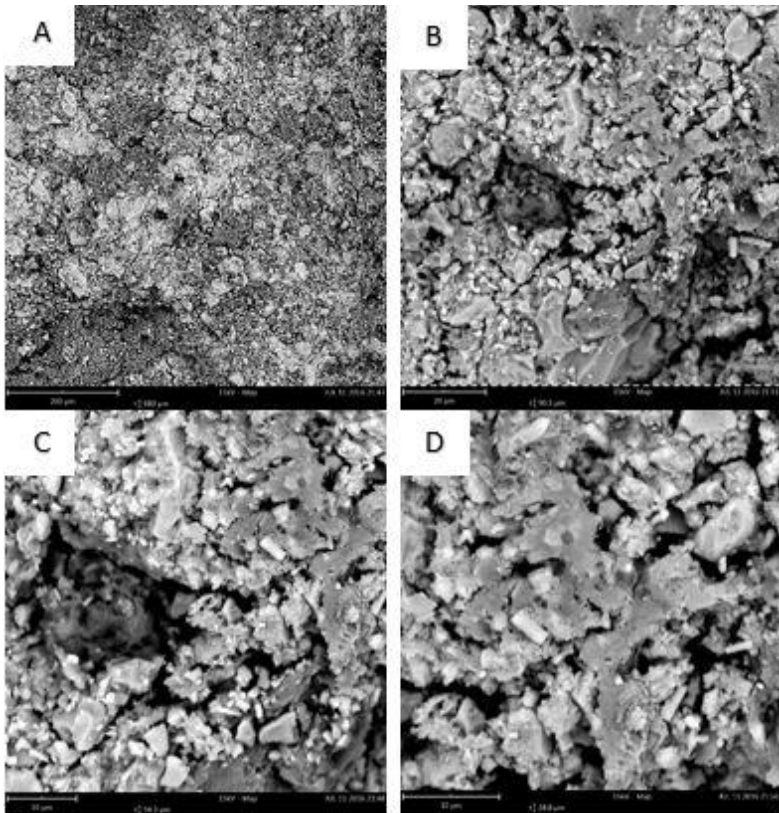
Gambar morfologi serbuk HA Zn hasil pengujian SEM, (A) perbesaran 400 kali, (B) perbesaran 3000 kali, (C) perbesaran 5000 kali dan (D) perbesaran 7000 kali.

B. 10%K/HA-Zn



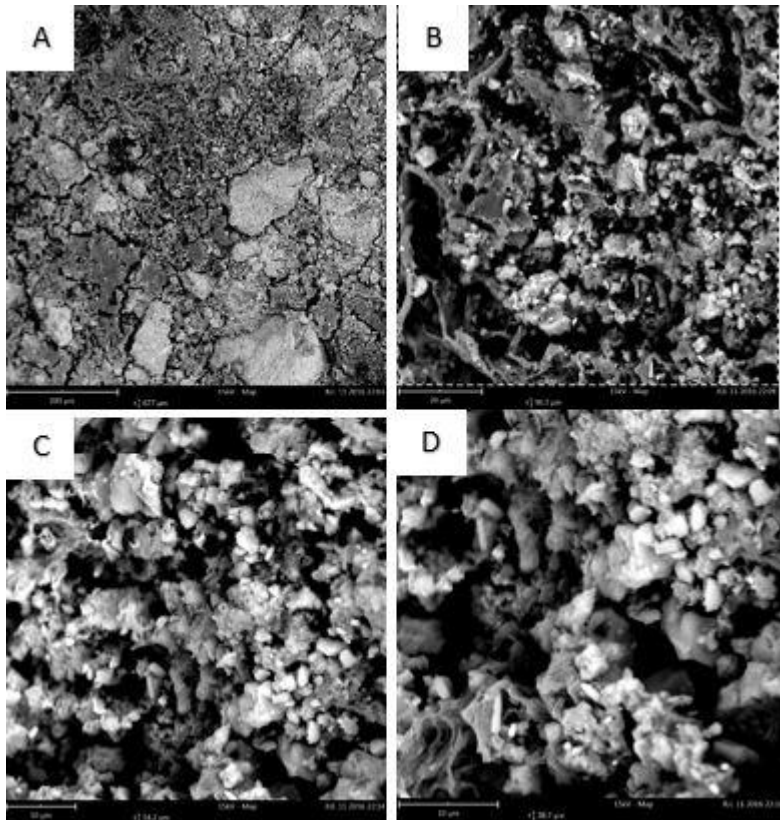
Gambar morfologi penampang patahan pada padatan sampel 10%K/HA-Zn, (A) perbesaran 400 kali, (B) perbesaran 3000 kali, (C) perbesaran 5000 kali dan (D) perbesaran 7000 kali.

C. 15%K/HA-Zn



Gambar morfologi penampang patahan pada padatan sampel 15%K/HA-Zn, (A) perbesaran 400 kali, (B) perbesaran 3000 kali, (C) perbesaran 5000 kali dan (D) perbesaran 7000 kali.

D. 20%K/HA-Zn



Gambar morfologi penampang patahan pada padatan sampel 20%K/HA-Zn, (A) perbesaran 400 kali, (B) perbesaran 3000 kali, (C) perbesaran 5000 kali dan (D) perbesaran 7000 kali.

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan analisis data dan pembahasan pada penelitian ini, dapat disimpulkan bahwa:

1. Peningkatan prosentase berat Kitosan menyebabkan :
  - Distribusi ikatan antara Kitosan dengan partikel HA-Zn semakin merata.
  - Densitas komposit Kitosan/HA-Zn menurun.
  - Nilai kekerasan permukaan komposit semakin menurun.
  - Kekuatan tekan dan modulus elastisitas komposit Kitosan/HA-Zn semakin meningkat.
2. Komposit dengan 10% Kitosan memiliki sifat fisik dan sifat mekanik yang memenuhi standar material sebagai kandidat material pengganti tulang untuk tulang *cancellous*.

#### **5.2 Saran**

Berdasarkan hasil yang didapatkan, berikut beberapa saran yang diharapkan mampu membuat penelitian serupa lebih baik ke depannya :

1. Menggunakan cetakan dengan bahan yang memiliki permukaan halus dan tidak mudah tergores.
2. Adanya pengujian lebih lanjut mengenai sifat mekanik lain yang menunjang aplikasi material sebagai material *bone substitute*.
3. Adanya studi lanjut dengan jumlah penambahan Kitosan yang lebih tinggi untuk mengetahui titik balik kenaikan lain sifat mekanik komposit.
4. Adanya studi lebih lanjut mengenai pengendalian *interface* Kitosan dan HA-Zn saat proses kompaksi untuk menghasilkan sifat mekanik dan rongga yang sesuai dengan keinginan.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)



## DAFTAR PUSTAKA

- \_\_\_\_\_.1999.ASTM C1327 – 08 *Test Methods for Vickers Indentation Hardness of Advanced Ceramics*
- \_\_\_\_\_.2002. DIN2738: 1999 : *Determination of density, oil content and open porosity.*
- Adzila, Shafira. 2015. "Effect of Zinc Doped Calcium Phosphate Through Mechanochemical Synthesis." *ARPJ Journal of Engineering and Applied Science*. Vol. 10, No. 15.
- Arafat, A., Samad, A. Sabarin., Masum, Shah Md., Moniruzzaman, Mohammad. 2015. "Preparation and characterization of chitosan from shrimp shell waste". *International journal of scientific & engineering research*. vol. 6, pp. 538-541.
- Aufan, M., R. 2012. *Sintesis Scaffold Alginat-Kitosan-Karbonat Apatit Sebagai Bone Graft Menggunakan Metode Freeze Drying*. Jakarta: Universitas Indonesia.
- Basu, Bikramjit. 2009. *Advanced Biomaterials, Fundamentals, Processing, and Applications*. Canada: A John Wiley & Sons, Inc., Publication.
- Darwis, Darmawan., warastuti, Yessy. 2008. "Sintesis dan karakterisasi komposit hidroksiapatit (HA) sebagai graft tulang sintetik." *A Scientific Journal For the Application of Isotopes and Radiation* 143-153.
- Dewi, Setia Utami. 2009. *Pembuatan Komposit Kalsium Fosfat – Kitosan dengan Metode Sonikasi*. Tesis Sekolah Pascasarjana Institut Pertanian Bogor., Bogor: IPB.
- Earl, JS., Wood, DJ., Milne, SJ. 2006. "Hydrothermal Synthesis of Hydroxyapatite." *Journal of Physics: Conference Series* 26 268–271.
- Goosen, M.F.A,. 1997. *Applications of chitin and Chitosan*. Lancaster: Technomic Publishing Co.Inc.
- Hui, P. Meena, S.L., Singh, G., Agarawal, R.D., Prakash, S. 2010. "Synthesis of Hydroxyapatite Bio-Ceramic Powder by

- Hydrothermal Method." *Journal of Minerals & Materials Characterization & Engineering*. Vol. 9. No.8 683-692.
- International, 1999.ASTM C 773 - 88. n.d. *Standard Test Method for Compressive (Crushing) Strength of Fired Whiteware Materials*. ASTM.
- Islam, Md. Monarul, Shah Md. Masum, M. Mahbubur Rahman, Md. Ashraful Islam Molla, A. A. Shaikh, and S.K. Roy. 2011. "Preparation of Chitosan from Shrimp Shell and Investigation of Its Properties." *International Journal of Basic & Applied Sciences* 11 (1).
- Istifarah, Aminatun P.W. 2012. *Sintesis dan Karakterisasi Komposit Hidroksiapatit dari Tulang Sotong (Sepia sp.)-Kitosan untuk Kandidat Aplikasi Bone Filler*. Surabaya: Universitas Airlangga.
- Ivankovic, H., Orlic, S., Kranzelic, D., Tkalec, E. 2010. "Highly Porous Hydroxyapatite Ceramics for Engineering Applications." *Advances in Science and Technology* Vol. 63 408-413.
- Khan, T.A., Peh, K.K, Ch'ng, H.S. Reporting degree of deacetylation values of chitosan: The influence of analytical methods. "2002." *J.Pharm. Pharmaceut. Sci*, 5(3) 205-212.
- Kong, Lijung., Gao, Yuan., Cao, Wenling., Gong, Yandao., Zhou, Naming., Xang, Ziufang. 2005. "Preparation and characterization of nano-hydroxyapatite/chitosan composite scaffolds." *Wiley Inter Science* (Wiley Inter Science) 275-282.
- Li, Zhang. 2005. "Preparation and in vitro investigation of chitosan/nano-hydroxyapatite composite used as bone substitute materials." *Journal of materials science: materials in medicine* 213-219.
- Maldovan, Marioara. 2015. "Structural and morphological properties of HA-ZnO powders prepared for biomaterials." *Open Chem.*, 2015; 13 725-753.

- Miyaji, Fumiaki. 2004. "Formation and structure of zinc-substituted calcium hydroxyapatite." *Elsevier, Materials Research Bulletin* 40 (2005) 209-220.
- Nather, Aziz. 2005. *Bone Grafts and Bone Substitutes*. . London, UK. : World Scientific Publishing Co, Pte. Ltd.
- Ngoc, Nguyen Hung. 2012. *Basic knowladge of Bone grafting*. Thesis, Ha Noi, Vietnam: Hanoi Medial University.
- Nikhpour, M. R. 2012 . "Synthesis and characterization of hydroxyapatite/chitosan nanocomposite materials for medical engineering applications. ." *Elsevier. Composites: part B* 43 (2012) 1881-1886.
- No, H.K., Lee, S.H., Park, N.Y dan Mayers, S.P. 2003. "Comparasion of phsychochemical, Binding and Antibacterial Properties of Chitosans Prepared Without and With Deproteinazion Process." *J. Agric. Food. Chem. Vol* 51: 7659-7663.
- Noor, Novihana Pradita. 2016. *Pengaruh Penambahan Kitosan Terhadap Sifat Biokompatibilitas Komposit Kitosan/Hidroksiapatit Yang Didoping Seng Sebagai Material Bone Substitute*. Tugas Akhir, Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Norhidayu, D. 2008. "Development of Zinc Doped Hydroxyapatite for Bone Implant Application. ." *ICCBT 2008 - F – (24)* pp 257-270.
- Park, J. B. dan Lakes, R. S. 1992. *Biomaterials-An Introduction* , 2nd ed. New York: Plenum Press.
- Peter, V. G. 2005. *Bone substitutes: An Update*. Leeds LS9 7TF, UK: ESLSEVIER.
- Purnawa, Chandra. 2008. *Kitosan dari cangkang udang dan aplikasi kitosan sebagai bahan antibakteri pada kain katun*. Thesis, Yogyakarta: Jurusan Ilmu-Ilmu Matematika dan Pengetahuan Alam, UGM.

- Shi, D. 2004. *Bimaterials and Tissue Engineering-Biological and Medical Physics-Biomedical Engineeirng*. . New York: Springer.
- Suhardi. 1992. *Buku Monograf Khitin dan Khitosan*. Yogyakarta: PAU UGM.
- Suzuki. 2005. "Fabrication of Hydroxyapatite Block From Gypsum Block Based on  $(\text{NH}_4)_2 \text{HPO}_4$  Treatment." *Dental Material Journal*, 24 (4) 515-521.
- Tin-Oo, M.M. 2007. "Antibacterial Property of Locally Produced Hydroxyapatite." *Archives of Orofacial Sciences* 41-44.
- Trung, T. S., Thein-Han, W. W., Qui, N. T., Ng, C.-H. & Stevens, W. F. 2006. "Functional characterization of shrimp chitosan and it's membranes as affected by degree of deacetylation. *Bioresource Technology* , 97 (4), pp. 659-663.
- Venkatesan, J., Kim. 2010. "Chitosan Composites for Bone Tissue Engineering." *An Overview, Mar. Drugs* 2010, 8. 2252-2266.
- Wahl, D.A. dan Czernuszka, J.T . 2006. "Collagen-Hydroxyapatite Composites for Hard Tissue Repair." *European Cells and Materials Vol. 11*. 43-56.
- Warastuti, Yessy. Budianto, Emil. Darmawan. 2012. "Sintesis dan karakterisasi membran komposit Hidroksiapatit Tulang Sapi-Kitosan-poli(vinil alkohol) untuk aplikasi biomaterial." *Jurnal sain materi Indonesia* 1411-1098.
- Xianmiao, Cheng. Yubao, Li. Yi, Zou. Jidong, Li. 2009. "Preparation and in vitro biological evaluation of nano-hydroxyapatit/chitosan membranes for bone guided regeneration ." *Materials Science and Engineering C* 29 (2009) 29-35.
- Yildirim. Preparation and Characterization of Chitosan/Calcium Phosphate Based Composite Biomaterials. 2004. Thesis, Izmir, Turki.: Izmir Institute of Technology.

Yuehuei, H. An., dan Robert A. Draughn. 2000. *Mechanical Testing of Bone and the Bone-Implant Interface*. New Yorj: CRC PRESS.

## BIODATA PENULIS



Agus Purnomo, lahir di kota Surabaya pada tanggal 12 September 1993. Penulis merupakan anak keenam dari delapan bersaudara pasangan Muchayat dan Siti Rokmah. Penulis menempuh pendidikan formal di TK Kusuma Jaya, SD Negeri Klakahrejo II, SMP Negeri 26 Surabaya, dan SMA Negeri 6 Surabaya. Setelah lulus SMA pada tahun 2012, penulis melanjutkan studinya di Jurusan Teknik Material dan Metalurgi Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS). Semasa kuliah penulis aktif sebagai pekerja lepas menjadi Reporter ITS Online dimulai tahun 2013 hingga menjadi Redaktur ITS Online pada 2015. Selain itu, penulis juga aktif mengikuti kegiatan organisasi di Departemen Dana dan Usaha di JMMI sebagai staf pada 2013, Koordinator pada 2014 dan Pengurus Harian yang menjabat sebagai Bendahara Umum pada 2015. Dalam bidang akademik penulis menjadi asisten laboratorium Inovasi Material. Penulis juga aktif di beberapa kompetisi diantaranya sebagai peraih dana hibah penelitian Program Kreativitas Mahasiswa Bidang Karsa Cipta pada 2013. medali perak poster Program Kreativitas Mahasiswa Gagasan serta menjadi pembicara dan peserta dalam Hokkaido Indonesia Student Association Scientific Meeting di Jepang tahun 2016.

Penulis memiliki pengalaman kerja praktik di departemen *Technical Engineer* PT Smelting Gresik, pada bulan Februari 2016. Selama kerja praktik penulis mendapat tugas menganalisis kegagalan pada CI-Slag Bucket Elevator Pin dan Bush. Hasil analisis tersebut kemudian dijadikan sebagai rekomendasi dalam pemilihan material pengganti dan perlakuan alat saat bekerja agar mampu bertahan dari yang sebelumnya 6 bulan menjadi 2 tahun.